

Einflussgrößen auf die flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion beim Feuerverzinken

Vom Fachbereich Maschinenbau

an der Technischen Universität Darmstadt (Hochschulkennziffer D17)

zur

Erlangung des Grades eines Doktor der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)

genehmigte

DISSERTATION

vorgelegt von

Dipl. Phys. Dominik Körber

aus Darmstadt

Berichterstatter:	Prof. Dr.-Ing. Christina Berger
Mitberichterstatter:	Prof. Dr. rer. nat. Andreas Dreizler
Tag der Einreichung:	25.10.2012
Tag der mündlichen Prüfung:	15.01.2013
Erscheinungsort:	Darmstadt
Erscheinungsjahr:	2013

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde der Technischen Universität Darmstadt und der Staatlichen Materialprüfungsanstalt Darmstadt in den Jahren 2007 bis 2012.

Mein besonderer Dank gilt der zur Zeit meiner Einstellung als Institutsleiterin tätigen Frau Prof. Dr.-Ing. C. Berger für die Bereitstellung der Voraussetzungen für die Durchführung der Arbeit und der damit verbundenen Möglichkeit zu meiner persönlichen wissenschaftlichen Weiterbildung. Frau Prof. Berger hat mit ihrem Engagement und einer intensiven, sachlichen und kritischen Betreuung meiner Arbeit dazu beigetragen, dass wissenschaftliche Ideen weiterentwickelt und inhaltlich fundiert vervollständigt wurden.

Herrn Prof. Dr.-Ing. M. Oechsner, als aktuell tätigen Institutsleiter, danke ich herzlich für die Bereitstellung der Rahmenbedingungen, um die Arbeit erfolgreich abschließen zu können. Ein großes Dankeschön gilt auch Herrn Dr.-Ing. U. Wuttke, der mich bei allen Fragen zu Simulationsmethoden, deren Anwendung und Bedeutung stets kompetent und hilfsbereit unterstützt hat.

Die äußeren und inneren Rahmenbedingungen am Institut für Werkstoffkunde waren exzellent und die fachliche Betreuung konstruktiv. Bei Herrn Dipl.-Ing. J. Adelman und Herrn Dr.-Ing. R. Landgrebe konnte ich jederzeit fachlichen Rat einholen, der als Unterstützung bei den Untersuchungen stets kritisch, konstruktiv und informativ war. Viele Diskussionen mit allen am Thema Beteiligten und noch mehr Diskussionszeit haben wesentlich zum Gelingen der Arbeit beigetragen. Dafür gebührt ein ausdrückliches Dankeschön.

Bei Herrn Prof. Dr. rer. nat. A. Dreizler bedanke ich mich herzlich für die freundliche Übernahme der Mitberichterstattung. Die mit ihm geführten Gespräche habe ich als sehr angenehm und offen empfunden.

Dank gilt dem gesamten Team der Abteilung Werkstoffanalytik mit allen Praktikanten, Auszubildenden und in erster Linie meinem Kollegen Dr.-Ing. Holger Hoche, der es wohl wie kein Zweiter verstand mich zum richtigen Zeitpunkt herauszufordern und wenn es erforderlich war, mir auch den Rücken für die eigene Forschungsarbeit frei zu halten.

Bei meinen Bürokollegen Andreas Fiedler, Jasmin Biehler und Daniela Schwerdt, bedanke ich mich für die äußerst konstruktiven fachlichen Gespräche und für deren Geduld und Gelassenheit auch in schwierigen Zeiten. Auf meine mir unterstellten wissenschaftlichen Hilfskräfte konnte ich mich dankenswerter Weise stets verlassen. Deren Unterstützung und Flexibilität waren für mich und meine Arbeit äußerst wertvoll.

Ich bedanke mich auch beim Gemeinschaftsausschuss Feuerverzinken (GAV e.V.), der mit der Beauftragung von zwei Projekten die Grundlage für die vorliegende Arbeit mitfinanziert hat. Viele projektbegleitende Arbeitskreise und Einzelgespräche mit allen Beteiligten des GAV haben mich für die fachliche Problematik sensibilisiert und meinen Blick für feuerverzinkte Bauteile geschärft.

Darmstadt, 25. Oktober 2012

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	I
Abkürzungsverzeichnis	III
Bildverzeichnis	V
Tabellenverzeichnis	XIII
1. Einleitung	1
2. Stand der Kenntnisse	5
2.1 Korrosion von Stahl und Korrosionsschutz durch eine Verzinkung	5
2.2 Beschreibung des Verzinkungsprozesses	7
2.3 Anforderungen an den Werkstoff beim Feuerverzinken	8
2.4 Eigenschaften unterschiedlich legierter Zinkschmelzen	11
2.5 Spannungsrisskorrosion und LMAC Rissbildung	13
2.6 Bisher eingesetzte Versuchstechniken und Prüfverfahren	20
2.7 Zusammenfassung Abschnitt 2	24
3. Zielsetzung und Versuchstechnik	27
3.1 Zielsetzung	27
3.2 Beschreibung der eingesetzten Versuchstechnik	28
3.3 Untersuchte Einflussgrößen	29
3.3.1 Werkstoffe und Werkstoffzustände	29
3.3.2 Beanspruchungszustände	31
3.3.3 Zinkschmelzen	34
4. Zum Einsatz kommende Untersuchungsmethoden	35
4.1 Charakterisierung der Werkstoffe	35
4.2 Chemische Analyse der Zinkschmelzen	36
4.3 Lichtmikroskopie (einschließlich Probenpräparation)	36
4.4 Rasterelektronenmikroskopie	37
4.5 Eigenspannungsmessungen	37
5. Entwicklung des Prüfverfahrens	39
5.1 Isolierte Untersuchung der Einflussgrößen Werkstoffzustand, Zinkschmelze und Beanspruchung	39
5.2 Kombinierte Untersuchung der Einflussgrößen Werkstoffzustand, Zinkschmelze und Beanspruchung	41
5.3 Beschreibung der verwendeten Probenformen	42
5.4 Durchführung der Versuche	43
5.5 Auswertung der LMAC Versuche und Mikrorissbildung	45
5.6 Mittels FEM berechneter Zusammenhang von experimentell gemessener Aufweitung und plastischer Vergleichsdehnung	48
5.7 Zusammenhang zwischen experimentell gemessener Aufweitung und der Rissaufweitung im Kerbgrund	53
5.8 Zusammenfassung der Abschnitte 3 bis 5	55

6. Ergebnisse aus den Versuchen	57
6.1 Einfluss der Zinkschmelze ohne überlagerte Beanspruchung unter Verwendung von Flachproben	57
6.1.1 Lastfrei verzinkt	58
6.1.2 Lastfrei verzinkt mit einer Auslagerung im Vierpunkt Biegeversuch unter erhöhter Temperatur	58
6.2 Einfluss der Zinkschmelze mit überlagerter Beanspruchung unter Verwendung von U-Proben	61
6.2.1 Auswertung der Zugversuche	63
6.2.2 Metallografische Charakterisierung der im Zugversuch geprüften U-Proben	71
6.2.3 Auswertung der Zeitstandversuche	78
6.2.4 Metallografische Charakterisierung der im Zeitstandversuch geprüften U-Proben	84
6.2.5 Systematische Untersuchung des Einflusses der Legierungselemente auf die Versuchsergebnisse	85
6.2.6 Besondere Aspekte zu den metallografischen Untersuchungen	87
6.3 Vergleich der Dehnungen aus den Zug- und Zeitstandversuchen	89
6.4 Messunsicherheiten	94
6.4.1 Einfluss des Tiegefüllstands auf die Versuchsergebnisse	94
6.4.2 Einfluss der Temperatur der Zinkschmelzen	95
6.4.3 Einfluss der Versuchsführung und statistische Auswertung der Versuche	97
6.4.4 Einfluss der Kerbgeometrie auf die Dehnungen	98
6.4.5 Sonstige Einflüsse	102
6.5 Einfluss einer partiellen Kaltumformung auf das LMAC - Risikopotenzial	104
6.5.1 Charakterisierung der vorverformten Proben	105
6.5.2 Abbau von Eigenspannungen aufgrund von einem Temperatureinfluss	107
6.5.3 Ergebnisse an den kaltverformten Proben	109
6.6 Einordnung der Untersuchungsergebnisse in das Bemessungskonzept der DAST Richtlinie 022	115
6.7 Zusammenfassung Abschnitt 6	119
7. Diskussion und Ausblick	123
8. Zusammenfassung	127
9. Literaturverzeichnis	129
10. Anhang	137

Abkürzungsverzeichnis

Chemische Elemente

Al	Aluminium, Ordnungszahl 13
Bi	Wismuth, Ordnungszahl 83
Cl ₂	Molekulares Chlor, Ordnungszahl 17
Fe	Eisen, Ordnungszahl 26
H ₂	Molekularer Wasserstoff, Ordnungszahl 1
N ₂	Molekularer Stickstoff, Ordnungszahl 7
Ni	Nickel, Ordnungszahl 28
O ₂	Molekularer Sauerstoff, Ordnungszahl 8
P	Phosphor, Ordnungszahl 15
Pb	Blei, Ordnungszahl 82
Si	Silizium, Ordnungszahl 14
Sn	Zinn, Ordnungszahl 50
Zn	Zink, Ordnungszahl 30

Spezielle Abkürzungen

v_T	Aufweitungsgeschwindigkeit (Traversengeschwindigkeit) im Zugversuch
TL	langsamer Zugversuch mit $v_T = 0,05\text{mm/sec}$
TS	schneller Zugversuch mit $v_T = 1,00\text{mm/sec}$
C	Zeitstandversuch
$v_{LL,C}$	absolute Aufweitung der Probe in mm
$v_{LL,C,korr}$	um Mikrorissbildung korrigierte absolute Aufweitung der Probe
$\epsilon_{p,c}^-$	plastische (Vergleichs)Dehnung der Probe
$\epsilon_{p,c,korr}^-$	um Mikrorissbildung korrigierte plastische (Vergleichs)Dehnung
ik	interkristallin
t(r)k	transkristallin

Allgemeine Abkürzungen

CT	Compact Tension (Probe)
DAST	Deutscher Ausschuß für Stahlbau
DIN	Deutsches Institut für Normung
EDX	energiedispersive Röntgenmikroanalyse
EDZ	Ebener Dehnungszustand
ESZ	Ebener Spannungszustand
FEM	Finite Elemente Methode
FES	Funkenemissionsspektralanalyse
HV	Härteprüfung nach Vickers
ICP-OES	optische Emissions-Spektral-Analyse mit induktiv gekoppeltem Plasma
IfW	Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde der TU Darmstadt
LMAC	Liquid Metal Assisted Cracking
LME	Liquid Metal Embrittlement
LNT	Long Notched Tension (Probe)
REM	Rasterelektronenmikroskop
SA	Oberflächenreinheit von Stahl
SME	Solid Metal Embrittlement
SpRK	Spannungsrissskorrosion
t	Tauchdauer in der Zinkschmelze
n	Anzahl der (Einzel)versuche

Einheitssymbole

MPa	1 Megapascal = $1 \cdot 10^6 \text{N/m}^2$
Å	1 Ångström = $1 \cdot 10^{-10} \text{m}$
°C	1 Grad Celsius = 274,15K
sec	1 Sekunde = 1s
min	1 Minute = 60s
h	1 Stunde = 3600s

Abbildungsverzeichnis

Bild 1-1	Beispiele für infolge einer Feuerverzinkung entstandene Risse /IGF265ZBG/	1
Bild 1-2	Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung (Liquid Metal Assisted Cracking - LMAC)	3
Bild 2-1	Grundprinzip einer Korrosion (nach /SSC2012/)	5
Bild 2-2	Zinkkorrosion mit Zink als Opferanode (nach /SSC2012/)	6
Bild 2-3	Aufbau eines im Feuerverzinken hergestellten Zinküberzugs mit Kennzeichnung und Angabe der Härte nach Vickers (HV) (nach /VOU2004/)	6
Bild 2-4	Allgemeine Prozessreihenfolge beim Feuerverzinken, /MAS2008/	8
Bild 2-5	Schichtdickenwachstum bei den vier unterschiedlichen Siliziumgehalten im Stahl bei 10min Tauchdauer und drei unterschiedlichen Temperaturen /THI2006/	9
Bild 2-6	Dreistoffsystem Zn-Sn-Pb aus quasibinären Schnitten zusammengesetzt mit selektiver Angabe von Erstarrungstemperaturen /IGF265ZBG/	12
Bild 2-7	Bei der Spannungsrissskorrosion (SpRK) erforderliche Einflussgrößen /IfW2012/	13
Bild 2-8	Gerissener Endbereich eines Trägers mit halber Kopfplatte /PIN2009/	14
Bild 2-9	Bruch einer kaltgeformten Stange aus S235 infolge fertigungsinduzierter Zugeigenspannungen /INT2008/	15
Bild 2-10	Kaltgeformte Stange aus S235: Oben: Bruchflächenuntersuchung mit dem Rasterelektronenmikroskop Unten: Gefüge im Bereich der Bruchfläche (links), Energiedispersive Röntgenmikroanalyse mit Zinknachweis (rechts), /INT2008/	16
Bild 2-11	Zur Lage der Korngrenze und der Diffusionsrate bei Verwendung der Fick'schen Gesetze, (nach /KAU1995/)	17
Bild 2-12	Zur Rissentstehung durch oberflächenaktive Elemente /SCH2008/	18
Bild 2-13	Zum Versetzungstau an einer Korngrenze	19
Bild 2-14	Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung (Liquid Metal Assisted Cracking - LMAC)	19
Bild 2-15	Versuchsanordnung für die Untersuchungen von Rädeler /RÄD1953/	20
Bild 2-16	Versuchsanordnung der Untersuchungen mit der LNT Probe /PIN2009/	22
Bild 2-17	a) Instationäre und (b) stationäre Phase beim Verzinkungsvorgang /ADE2010/	24
Bild 3-1	Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung (Liquid Metal Assisted Cracking - LMAC)	28
Bild 3-2	Zur Kantengenauigkeit: a) Blickrichtung, b) Schliffbild, c) Detailaufnahme aus b	31
Bild 3-3	Übersicht der drei verwendeten Probenformen im Vergleich zur LNT Probe	31
Bild 3-4	Auf die jeweilige maximale Kerbspannung bezogene Axialspannung in Abhängigkeit der Ligamenttiefe (Randabstand) der verwendeten Probenformen B und D im Vergleich zur LNT Probe /IGF265ZBG/	32
Bild 4-1	links: Schliffentnahme an der Flachprobe rechts: Schliffentnahme an der Vierpunkt Biegeprobe	36
Bild 4-2	Schliffentnahme an der U - Probe der Form B mit einer Blechdicke von 6mm	36
Bild 4-3	links: REM Zeiss Evo60, rechts: Funktionsprinzip EDX Analyse /IGB2012/	37

Bild 4-4	links: Eigenspannungsmessgerät Stresstech, beispielhaft das Modell G3, rechts: Funktionsprinzip $\sin^2\Psi$ – Verfahren /STR2007/	38
Bild 4-5	Zur Verschiebung der Peakposition in Abhängigkeit des Psi Winkels /STR2007/	38
Bild 5-1	Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung (Liquid Metal Assisted Cracking - LMAC)	39
Bild 5-2	Positionen zur Messung der Eigenspannungen an der Flachprobe	39
Bild 5-3	Vergleich der Oberflächenbeschaffenheit einer Flachprobe am Querschliff, a): gefräst, b): poliert	40
Bild 5-4	Vierpunkt Biegevorrichtung mit den Parametern bei der Versuchsdurchführung	41
Bild 5-5	Links: Versuchsaufbau, rechts: Ausgeführter Versuchsstand	41
Bild 5-6	Zusätzliche Aufweitung infolge einer Mikrorissbildung im Zugversuch	46
Bild 5-7	Auswertung des Zeitstandversuchs mit den Kriterien für Anriss und Bruch	47
Bild 5-8	Zusätzliche Aufweitung aufgrund einer Mikrorissbildung im Zeitstandversuch	48
Bild 5-9	Für die FEM Simulation ermittelte Fließkurven für die Werkstoffe S690 Q, P460 und S355 J2 bei jeweils 450°C	49
Bild 5-10	Vergleich zwischen Versuch (Salzschmelze) und FEM Rechnung für den Werkstoff S355 J2 (6mm, Form B)	50
Bild 5-11	Zusammenhang zwischen Aufweitung $v_{LL,C}$ und plastischer Vergleichsdehnung $\bar{\epsilon}_{p,c}$ für den Werkstoff S355 J2 (6mm Blech) und den Probenformen A und B	51
Bild 5-12	Vergleich zwischen Versuch (Salzschmelze) und FEM Rechnung für die Werkstoffe S355 J2 (6mm, Form D), S355 J2 (10mm), P460 und S690 Q	52
Bild 5-13	Zusammenhang zwischen Aufweitung $v_{LL,C}$ und plastischer Vergleichsdehnung $\bar{\epsilon}_{p,c}$ für die Werkstoffe S355 J2 (6mm, Form B und D und 10mm), P460 und S690 Q	52
Bild 5-14	Geometrische Überlegungen zur Aufweitung im Kerbgrund für einen hochfesten Werkstoff und kurzer Versuchsdauer ohne das Auftreten einer Rissabstumpfung	53
Bild 5-15	Zusammenhang zwischen experimentell gemessener Aufweitung an den Probenaufnehmern (Traversenweg) zur Rissaufweitung im Kerbgrund für drei verschiedene Risslängen	54
Bild 5-16	Zusammenhang zwischen experimentell ermittelter Aufweitung und anliegender Nennspannung für drei verschiedene Risslängen	54
Bild 6-1	Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung (Liquid Metal Assisted Cracking - LMAC) mit dem Schwerpunkt auf der Zinkschmelze und dem Werkstoffzustand	57
Bild 6-2	Unterschiedlich lang verzinkte Flachproben ohne überlagerte äußere Beanspruchung mit Anfangsdefekten nach einer Verzinkungsdauer von 24h	59
Bild 6-3	Im REM untersuchte Schliffproben, die im Vierpunkt Biegeversuch bei 480MPa und 415°C geprüft wurden mit Anfangsdefekten auf der Biegezugseite	60
Bild 6-4	Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung (Liquid Metal Assisted Cracking - LMAC) mit dem Schwerpunkt der kritischen Überlagerung von Werkstoff(zustand) - Zinkschmelze - Beanspruchung	61

Bild 6-5	Übersicht über die im Abschnitt 6.2 dargestellten Werkstoff-Probenform-Beanspruchungsarten und Zinkschmelzenvariationen	62
Bild 6-6	Übersicht der Probenformen B und D mit den jeweils wichtigsten Eigenschaften	62
Bild 6-7	Generelle Vorgehensweise bei der Auswertung der Zugversuche	63
Bild 6-8	Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form B, Versuchsreihe TL ($v_T=0,05\text{mm/sec}$)	66
Bild 6-9	Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form B, Versuchsreihe TS ($v_T=1,00\text{mm/sec}$)	66
Bild 6-10	Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form D, Versuchsreihe TL ($v_T=0,05\text{mm/sec}$)	67
Bild 6-11	Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form D, Versuchsreihe TS ($v_T=1,00\text{mm/sec}$)	67
Bild 6-12	Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 10mm, Versuchsreihe TL ($v_T=0,05\text{mm/sec}$)	68
Bild 6-13	Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 10mm, Versuchsreihe TS ($v_T=1,00\text{mm/sec}$)	68
Bild 6-14	Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff P460, Versuchsreihe TL	69
Bild 6-15	Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff P460, Versuchsreihe TS	69
Bild 6-16	Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S690 Q, Versuchsreihe TL	70
Bild 6-17	Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S690 Q, Versuchsreihe TS	70
Bild 6-18	Metallografische Untersuchungen der Zugversuche in der Schmelze S0 (Reinzink) mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form B: links Versuchsführung TL, rechts TS	72
Bild 6-19	Metallografische Untersuchungen der Zugversuche in der Schmelze S1d (Zn + 0,81% Pb) mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form B: links Versuchsführung TL, rechts TS	72
Bild 6-20	Metallografische Untersuchungen der Zugversuche in der Schmelze S2b (Zn + 0,29% Sn) mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form B: links Versuchsführung TL, rechts TS	73
Bild 6-21	Metallografische Untersuchungen der Zugversuche in der Schmelze S9a (Zn + 1% Pb + 1% Sn) mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form B: links Versuchsführung TL, rechts TS	73
Bild 6-22	Zur Lage der Blickrichtung in den REM Aufnahmen	74
Bild 6-23	REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S0, Versuch TL	74
Bild 6-24	REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S0, Versuch TS	74
Bild 6-25	REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S1d, Versuch TL	75

Bild 6-26	REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S1d, Versuch TS	75
Bild 6-27	Beispielhaft dargestellter interkristalliner Bruchbereich	76
Bild 6-28	Detailbild aus Bild 6-24 Übergangsbereich ik <-> tk	76
Bild 6-29	Beispielhaft dargestellter transkristalliner Bruchbereich	76
Bild 6-30	REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S2b, Versuch TL	76
Bild 6-31	REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S2b, Versuch TS	76
Bild 6-32	REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S9a, Versuch TL	77
Bild 6-33	REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S9a, Versuch TS	77
Bild 6-34	EDX Analyse an der Stelle 1 im Bild 6-33	77
Bild 6-35	EDX Analyse an der Stelle 2 im Bild 6-33	77
Bild 6-36	Generelle Vorgehensweise bei der Auswertung der Zeitstandversuche	78
Bild 6-37	Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form B, Auswertung der Nennspannung	80
Bild 6-38	Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form B, Auswertung der Aufweitung	80
Bild 6-39	Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form D, Auswertung der Nennspannung	81
Bild 6-40	Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form D, Auswertung der Aufweitung	81
Bild 6-41	Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff P460, Auswertung der Nennspannung	82
Bild 6-42	Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff P460, Auswertung der Aufweitung	82
Bild 6-43	Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff S690 Q, Auswertung der Nennspannung	83
Bild 6-44	Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff S690 Q, Auswertung der Aufweitung	83
Bild 6-45	Metallografische Untersuchungen der Zeitstandversuche, Schmelze S0, 560MPa	84
Bild 6-46	Metallografische Untersuchungen der Zeitstandversuche, Schmelze S0, 600MPa	84
Bild 6-47	Metallografische Untersuchungen der Zeitstandversuche, Schmelze S9a, 480MPa	85

Bild 6-48	Metallografische Untersuchungen der Zeitstandversuche, Schmelze S9a, 520MPa	85
Bild 6-49	REM Untersuchung an Zeitstandversuchen, Schmelze S0, 560MPa	85
Bild 6-50	EDX Analyse an der Stelle 1 im Bild 6-49	85
Bild 6-51	Einfluss der Legierungselemente auf die erreichten Aufweitungen, Zugversuch TL	86
Bild 6-52	Einfluss der Legierungselemente auf die erreichten Aufweitungen, Zugversuch TS	86
Bild 6-53	Einfluss der Legierungselemente auf die maximal ertragbaren Nennspannungen bei 800sec, Zeitstandversuch	87
Bild 6-54	Einfluss der Legierungselemente auf die maximal erreichbaren Aufweitungen bei 800sec, Zeitstandversuch	87
Bild 6-55	REM Untersuchung Schmelze S1d, Zeitstandversuch 560MPa	87
Bild 6-56	REM Untersuchung Schmelze S1d, Zeitstandversuch 600MPa	87
Bild 6-57	In einer computertomografisch untersuchten CT Probe detektierter Verzinkungsriss in mehreren Blickebenen betrachtet /GES2012/	88
Bild 6-58	In der Salzschmelze bestimmte (korrigierte) Aufweitungen für 800sec Tauchdauer, dargestellt als Funktion der Nennspannung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, (siehe Bild 5-8)	89
Bild 6-59	Bestimmung der maximal ertragbaren Nennspannung bei einer Tauchdauer von 800sec	90
Bild 6-60	Bestimmung der maximal ertragbaren Aufweitung bei einer Tauchdauer von 800sec	90
Bild 6-61	Zur Herleitung der plastischen Vergleichsdehnung $\bar{\epsilon}_{p,c}$	90
Bild 6-62	Vergleich der korrigierten und nicht-korrigierten Aufweitungen aus den Zug (TL/TS) - und Zeitstandversuchen (C), Werkstoff S355 J2 6mm, Form B	92
Bild 6-63	Vergleich der korrigierten und nicht-korrigierten Aufweitungen aus den Zug (TL/TS) - und Zeitstandversuchen (C), Werkstoff P460	92
Bild 6-64	Vergleich der um die Mikrorissbildung korrigierten Dehnungen aus den Zug (TL/TS) - und Zeitstandversuchen (C), Schmelze S0	93
Bild 6-65	Vergleich der um die Mikrorissbildung korrigierten Dehnungen aus den Zug (TL/TS) - und Zeitstandversuchen (C), Schmelze S9a	93
Bild 6-66	Einfluss des Tiegelfüllstand auf den Versuchsverlauf in der Salzschmelze SN im Zugversuch TL mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form D	95
Bild 6-67	Einfluss der Schmelzentemperatur auf den Versuchsverlauf in der Salzschmelze SN im Zugversuch TL mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form D	96
Bild 6-68	Streuung der um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen im Zugversuch aufgrund von Messunsicherheiten in der Geometriemessung	98

Bild 6-69	Streuung der angelegten Nennspannung im Zeitstandversuch aufgrund von Messunsicherheiten in der Geometriemessung	99
Bild 6-70	Aus der Standardabweichung aus Tabelle 6-5 resultierende Abweichungen der maximal ertragbaren Nennspannung bei einer Tauchdauer von 800sec	100
Bild 6-71	Streuung der um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen im Zeitstandversuch	101
Bild 6-72	Beispielhafte Darstellung einer vorverformten Probe des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B	104
Bild 6-73	Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung unter besonderer Berücksichtigung des Werkstoffzustands	105
Bild 6-74	Messpunkte der mittels HV0,5 durchgeführten Härtemessungen an einer Probe des Werkstoffs S355 J2 6mm Form D, vor und nach der Verformung	105
Bild 6-75	Härteverlauf nach Vickers HV0,5 in der Kerbe eines vorverformten im Vergleich zu einem nicht vorverformten Probenstück des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form D	106
Bild 6-76	Messpunkte der röntgenografischen Eigenspannungsmessungen an der Oberfläche im Kerbbereich des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form D	106
Bild 6-77	Verlauf der röntgenografisch bestimmten Eigenspannungen an einer vorverformten Probe, Werkstoff S355 J2 6mm, Form D	107
Bild 6-78	Verlauf der Eigenspannungen an in der Schmelze SN getauchten, vorverformten Proben, Werkstoff S355 J2 6mm, Form D im Vergleich zum Ausgangszustand	108
Bild 6-79	Einfluss einer Kaltverformung des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B im Zugversuch TL in der Schmelze S0 (Reinzink)	109
Bild 6-80	Vergleich von vorverformter und nicht-verformter Probe des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form D in der Salzsämelze, Zugversuche TL und TS	110
Bild 6-81	Einfluss einer Kaltverformung des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B im Zeitstandversuch in den Schmelzen S0, S2b und S9a	111
Bild 6-82	Schliffbild einer in Position A aus Bild 6-81 abgefangenen Probe	112
Bild 6-83	Detailaufnahme aus Bild 6-82	112
Bild 6-84	Schliffbild einer in Position B aus Bild 6-81 abgefangenen Probe	112
Bild 6-85	Detailaufnahme aus Bild 6-84	112
Bild 6-86	Vergleich vorverformte und nicht-verformte Proben des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B im Zeitstandversuch, Schmelze S0	113
Bild 6-87	Homogen vorverformte in Schmelze S9a verzinkte Flachproben des Werkstoffs S355 J2, 6mm	114
Bild 6-88	Zeitstandversuche in der Schmelze S0, Vergleich der vorverformten und nicht-verformten Proben des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B	117

Bild 6-89	Zusammenhang zwischen angelegter Nennspannung und maximal erreichbarer Aufweitung aus den Zeitstandversuchen in der Schmelze S0 mit vorverformten Proben aus dem Werkstoff S355 J2 6mm, Form B	118
Bild 10-1	Werkstoff S355 J2, 6mm: Übersichtsaufnahme des Gefüges	137
Bild 10-2	Werkstoff S355 J2, 6mm: Detailaufnahme des Gefüges	137
Bild 10-3	Werkstoff S355 J2, 10mm: Übersichtsaufnahme des Gefüges	137
Bild 10-4	Werkstoff S355 J2, 10mm: Detailaufnahme des Gefüges	137
Bild 10-5	Werkstoff 42CrMo4, normalisiert: Übersichtsaufnahme des Gefüges	137
Bild 10-6	Werkstoff 42CrMo4, normalisiert: Detailaufnahme des Gefüges	137
Bild 10-7	Werkstoff P460: Übersichtsaufnahme des Gefüges	138
Bild 10-8	Werkstoff P460: Detailaufnahme des Gefüges	138
Bild 10-9	Werkstoff S690 Q: Übersichtsaufnahme des Gefüges	138
Bild 10-10	Werkstoff S690 Q: Detailaufnahme des Gefüges	138
Bild 10-11	Zugversuche zum Einfluss von Blei, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B	140
Bild 10-12	Zugversuche zum Einfluss von Zinn, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B	140
Bild 10-13	Zugversuche zum Einfluss von Wismuth, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B	140
Bild 10-14	Zugversuche der Serie 4, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B	140
Bild 10-15	Zugversuche TL der Serie 5, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B	140
Bild 10-16	Zugversuche TS der Serie 5, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B	140
Bild 10-17	Zugversuche TL der Serie 6, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B	141
Bild 10-18	Zugversuche TS der Serie 6, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B	141
Bild 10-19	Zugversuche der Schmelzen S8n und S9a, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B	141
Bild 10-20	Zugversuche der Schmelzen SN und S0, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B	141
Bild 10-21	Zeitstandversuche zum Einfluss von Blei, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Nennspannung	141
Bild 10-22	Zeitstandversuche zum Einfluss von Blei, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Aufweitung	141
Bild 10-23	Zeitstandversuche zum Einfluss von Zinn, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Nennspannung	142
Bild 10-24	Zeitstandversuche zum Einfluss von Zinn, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Aufweitung	142
Bild 10-25	Zeitstandversuche zum Einfluss von Wismuth, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Nennspannung	142
Bild 10-26	Zeitstandversuche zum Einfluss von Wismuth, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Aufweitung	142

Bild 10-27	Zeitstandversuche der Serie 4, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Nennspannung	142
Bild 10-28	Zeitstandversuche der Serie 4, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Aufweitung	142
Bild 10-29	Zeitstandversuche der Serie 5, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Nennspannung	143
Bild 10-30	Zeitstandversuche der Serie 5, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Aufweitung	143
Bild 10-31	Zeitstandversuche der Serie 6, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Nennspannung	143
Bild 10-32	Zeitstandversuche der Serie 6, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Aufweitung	143
Bild 10-33	Zeitstandversuche der Schmelzen S8n und S9a, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Nennspannung	143
Bild 10-34	Zeitstandversuche der Schmelzen S8n und S9a, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Auswertung der Aufweitung	143

Tabellenverzeichnis

Tabelle 3-1	Mech. -techn. Kennwerte der in der Arbeit verwendeten Werkstoffe	30
Tabelle 3-2	Prozessreihenfolge bei der Probenvorbereitung	30
Tabelle 3-3	Abmessungen der verwendeten Probenformen im Vergleich	32
Tabelle 3-4	Merkmale der einzelnen Versuchsarten	33
Tabelle 3-5	Zusammensetzungen der verwendeten Zinkschmelzen in % (Istwerte)	34
Tabelle 4-1	Gefügeart, Härte, Korngröße und Reinheitsgrad der verwendeten Werkstoffe	35
Tabelle 5-1	Oberflächen-Eigenspannungszustände bei verschiedenen Bearbeitungsstufen	40
Tabelle 5-2	In der Arbeit verwendete Werkstoff- und Probenvariationen	42
Tabelle 5-3	Zwei Messungen der Kerbgeometrie in direkter Folge ermittelt	43
Tabelle 5-4	Erläuterungen zu den Verzinkungsversuchen	44
Tabelle 6-1	Gehalte der schwerpunktmäßig diskutierten Zinkschmelzen in % (gemäß Tabelle 3-5)	62
Tabelle 6-2	Kritische Aufweitungen $v_{LL,C}$, korrigierte Aufweitungen $v_{LL,C,korr}$ und kritische korrigierte Dehnungen $\varepsilon_{p,c,korr}^-$ abgeleitet aus den Kraft - Weg Diagrammen der Zugversuche (Versuchsführung TL und TS)	91
Tabelle 6-3	Kritische Aufweitungen $v_{LL,C}$, korrigierte Aufweitungen $v_{LL,C,korr}$ und kritische korrigierte Dehnungen $\varepsilon_{p,c,korr}^-$ abgeleitet aus den Zeitstandfestigkeitsgeraden der Zeitstandversuche (Versuchsführung C)	92
Tabelle 6-4	Abschätzung des Einflusses der Verzinkungstemperatur	96
Tabelle 6-5	Statistische Auswertung der Zug- und Zeitstandversuche, beispielhaft dargestellt am Werkstoff S355 J2 6mm, Form B und der Schmelze S0	97
Tabelle 6-6	Einfluss der Messunsicherheiten auf die um die Mikrorissbildung korrigierten Dehnungen (Zugversuch TS)	99
Tabelle 6-7	Einfluss der Messunsicherheiten auf die um die Mikrorissbildung korrigierten Dehnungen aus dem Zeitstandversuch	101
Tabelle 6-8	Übersicht der im Zugversuch TS und dem Zeitstandversuch in der Schmelze S0 berechneten Messunsicherheiten (Werkstoff S355 J2 6mm, Form B)	102
Tabelle 6-9	Streuung der durch die chemische Analyse (ICP-OES) ermittelten Gehalte von Legierungselementen aus jeweils 6 Einzelmessungen	103
Tabelle 6-10	Reduktion der lokalen Eigenspannungsmaxima aus Bild 6-78	108
Tabelle 6-11	Einteilung der Zinkbadklassen (nach /DASTri022/)	115
Tabelle 10-1	Werkstoffzusammensetzungen der Versuchswerkstoffe	139

1 Einleitung

Verzinkte Bauteile und Stahlkonstruktionen sind aus unserem Alltag nicht mehr wegzudenken. Um Werkzeuge, Gebrauchsgegenstände und Bauteile aus Stahl vor den Einflüssen einer atmosphärischen Korrosionsbeanspruchung zu schützen, hat sich die Feuerverzinkung vor der galvanischen Verzinkung als die bevorzugte Methode etabliert. Dabei wird die Langlebigkeit des Schutzes im Wesentlichen von der Dicke des Überzuges bestimmt /DIN EN ISO 1461:1999/. In mäßig korrosiven Gebieten wie z.B. Deutschland (ausgenommen sind die Küstenregionen) wird für eine der Witterung ausgesetzten Feuerverzinkung von einer mittleren Korrosionsrate von rd. $1\mu\text{m}$ pro Jahr ausgegangen, d.h. die Zinkschicht nimmt über die Jahre stetig ab.

Die Verzinkungsdauer richtet sich nach der erforderlichen Zinküberzugsdicke, der verwendeten Zinklegierung und ist darüberhinaus von dem zu verzinkenden Stahl abhängig. Je nach Nutzungsdauer des Bauteils kann die erforderliche Dicke des Zinküberzuges nach DIN EN 1461:1999 /DIN EN ISO 1461:1999/ individuell eingestellt und so mit einer optimierten Feuerverzinkung der Korrosionsschutz dauerhaft sichergestellt werden. Insbesondere für schwer zugängliche Stahlkonstruktionen (z.B. bei Offshore Windenergieanlagen) oder für Bauwerke, deren Instandhaltungsmaßnahmen die Nutzung einschränken, ist die Feuerverzinkung aufgrund des wartungsarmen Korrosionsschutzes das Mittel der Wahl. Der aufgrund des im Vergleich zu anderen Korrosionsschutzmaßnahmen geringe Ressourcenverbrauch und die damit einhergehende hohe Wirtschaftlichkeit, verschafft dem Feuerverzinken einen großen Anwendungsbereich. Angefangen von Kleinteilen des metallverarbeitenden Handwerks, über Stahlbauteile für Verkehrstechnik, Energietechnik und Baugewerbe, erstreckt sich der Einsatz der Feuerverzinkung bis hin zum Einsatz im Automobilsektor für Nutzfahrzeuge und PKW /WIS2009/.

Obwohl die Technologie des Verzinkungsprozesses seit mehreren Jahrzehnten bekannt und die fertigungstechnische Ausführung als überwiegend problemlos einzustufen ist, kommt es trotzdem immer wieder zu mehr oder weniger schwerwiegenden Rissbildungen /SED2004/, die die Funktionsfähigkeit bzw. die Sicherheit der verzinkten Bauteile mitunter signifikant beeinträchtigen. In **Bild 1-1** sind beispielhaft drei aus unterschiedlichen Bereichen stammende Verzinkungsschäden dokumentiert, die die Ausmaße einer durch eine Verzinkung entstandenen Rissbildung verdeutlichen.

Infolge einer Feuerverzinkung entstandene Risse

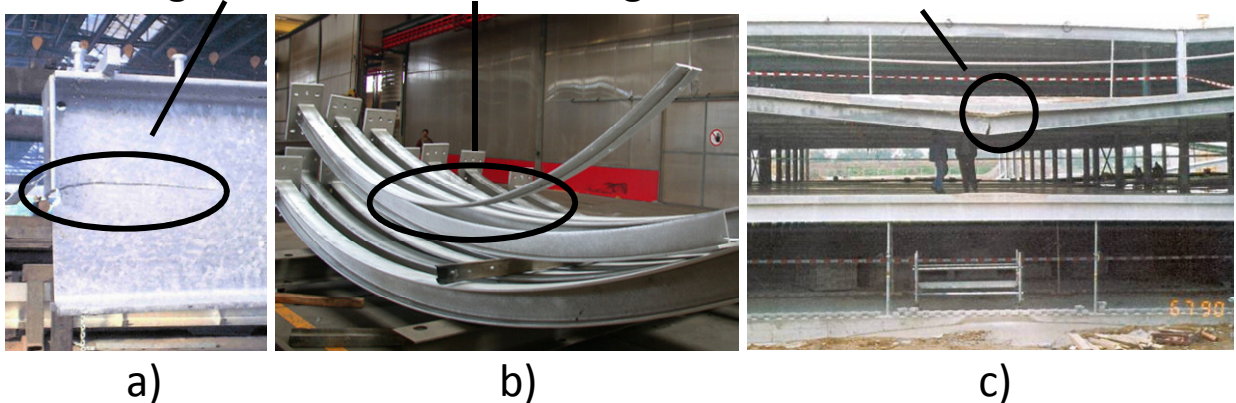


Bild 1-1: Beispiele für infolge einer Feuerverzinkung entstandene Risse /IGF265ZBG/

Teilbild a) zeigt einen Stahlträger mit angeschweißter Teilkopfplatte, bei dem der Riss ausgehend von der Schweißnaht, horizontal weit in den Träger hinein verläuft. Im Teilbild b) sind vorverformte Haltestangen (Doppel T-Träger) verzinkt worden, bei denen sich in der Folge bei einer Stange eine Seite des Doppel T-Trägers vollständig abgelöst hat. Das Teilbild c) zeigt einen Querriss in einem Träger eines Parkhausdecks. Während in den Fällen a) und b) die Verzinkungsschäden noch vor der Auslieferung an den Endkunden erkannt wurden, wurde bei dem zuletzt genannten Fall der Riss erst durch ein Totalversagen des sich im Betrieb befindlichen Bauteils deutlich. Nicht zuletzt aufgrund der genannten Beispiele und weiterer vergleichbarer Fälle wurde die Betriebs- und Standsicherheit feuerverzinkter Bauteile zunehmend in Frage gestellt.

Eine sorgsame Überprüfung des Verzinkungsguts, hinsichtlich möglicher infolge des Verzinkens entstandenen Risse ist somit vor der Inbetriebnahme unerlässlich, um Personen- und Sachschäden zu vermeiden. Insbesondere sind die Risse kritisch zu bewerten, die makroskopisch nicht sichtbar sind und die daher nur mit hohem technischen Aufwand zerstörungsfrei detektiert werden können. Seitens der Feuerverzinkungsindustrie, den Stahlherstellern, Architekten, Anlagenbauern und Anwendern besteht übereinstimmend das Interesse, die Rissentstehung während des Verzinkens zu minimieren bzw. ganz zu vermeiden. Voraussetzung hierfür sind detaillierte Kenntnisse über den Ablauf einer Verzinkung mit allen dabei relevanten physikalisch-chemischen Parametern.

Aktuell führt die Verwendung einer ungünstigen Kombination von Werkstoffen (und Werkstoffzuständen) und Zinkschmelzen im Zusammenspiel mit der Beanspruchung des zu verzinkenden Bauteils zu einer signifikant höheren Wahrscheinlichkeit für das Auftreten von Verzinkungsrissen (**Bild 1-2**), die der flüssigmetallinduzierten Spannungsrissskorrosion zuzuordnen sind /KAT2005/. Der zugrundeliegende Schadensmechanismus wird im englischen Sprachraum auch als Liquid Metal Embrittlement (LME) oder Liquid Metal Assisted Cracking (LMAC) bezeichnet.

Während die Rissbildung unter rein mechanischer Beanspruchung als trivial einzustufen ist und eine Rissbildung unter Einwirkung einer Zinkschmelze ohne mechanische Beanspruchung im Rahmen der technischen Verzinkungsprozesse keine Bedeutung besitzt, erweist sich der beschriebene Schadensmechanismus als komplexes Zusammenspiel der im Bild 1-2 dargestellten Einflussgrößen.

Bis zum heutigen Zeitpunkt sind hierbei nicht alle Details vollständig geklärt, weswegen das genaue Zusammenwirken von „Werkstoffzustand – Zinkschmelze – Beanspruchung“ Gegenstand aktueller Forschungsaktivitäten ist.

Die Vermeidung von infolge einer LMAC Schädigung entstandenen Verzinkungsrissen ist von großer wirtschaftlicher Bedeutung für die gesamte Feuerverzinkungsindustrie. Die vorliegende Arbeit leistet einen Beitrag zur wissenschaftlichen Kenntnis der LMAC Problematik. Die sich daraus ableitenden Gegenmaßnahmen sind insbesondere für mittelständische deutsche Verzinkereien als ein bedeutender Wettbewerbsvorteil zu sehen.

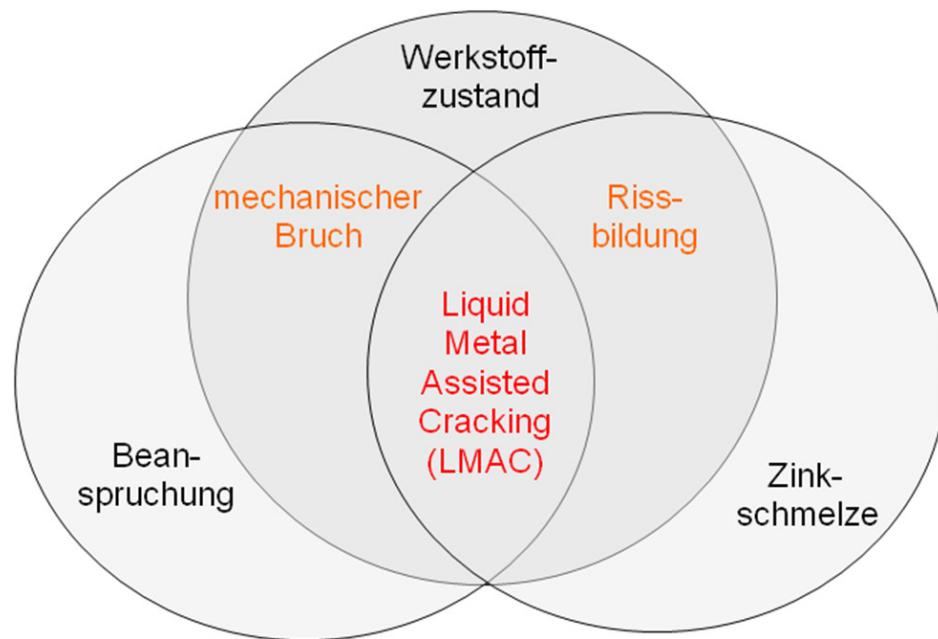


Bild 1-2: Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung (Liquid Metal Assisted Cracking - LMAC)

2 Stand der Kenntnisse

2.1 Korrosion von Stahl und Korrosionsschutz durch eine Verzinkung

Reines Eisen ist sauerstoffaffin und äußerst reaktionsfreudig. Unter Einwirkung eines Elektrolyten (z.B. Gebrauch- oder Regenwasser) oxidiert es bei Kontakt mit Sauerstoff zu Eisenoxid (**Bild 2-1**) und es entstehen rostbraune Korrosionsprodukte. Die **Gleichungen 2-1a** bis **2-1d** beschreiben die dabei ablaufenden chemischen Vorgänge.

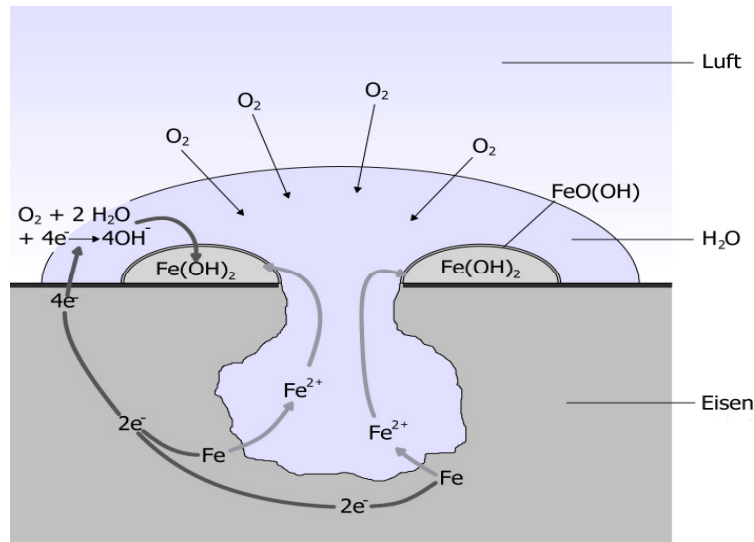
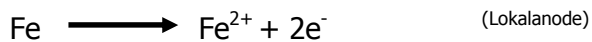


Bild 2-1: Grundprinzip einer Korrosion (nach /SSC2012/)



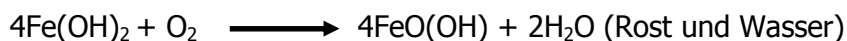
Gleichung 2-1a



Gleichung 2-1b



Gleichung 2-1c



Gleichung 2-1d

Hauptziel des Korrosionsschutzes ist die Vermeidung von Korrosionsschäden, deren Eindämmung und Beseitigung wirtschaftliche Folgekosten verursachen, die in der Bundesrepublik jährlich im Milliardenbereich liegen /DEC2012/.

Zink als ein metallischer Überzug ist geeignet, die beschriebene Korrosion einzudämmen bzw. sogar ganz zu verhindern. Bei Beschädigung des chemisch unedleren Zinküberzugs bis auf das Grundmaterial entsteht unter Einwirkung eines Elektrolyten für das Zink eine Gegenanode (Opferanode), die eine bevorzugte Auflösung der umgebenden Zinkschicht bewirkt (**Bild 2-2**). Dabei wird das an sich schon reaktionsträge Zink nur gering oxidiert und fällt als weißes Korrosionsprodukt aus (Weißrost). Das vor Korrosion zu schützende Grundmaterial wird somit vorerst nicht angegriffen.

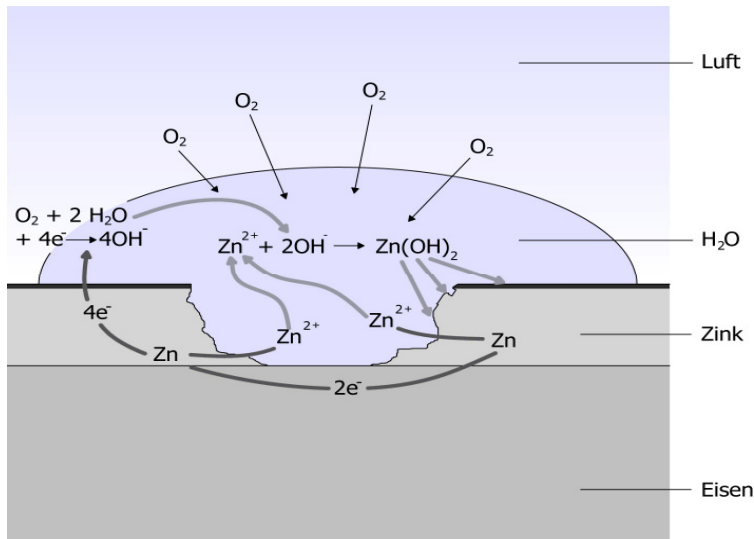


Bild 2-2: Zinkkorrosion mit Zink als Opferanode (nach /SSC2012/)

Zur Verzinkung bieten sich je nach Bedarfsfall das Schmelztauchverfahren (Feuerverzinkung), die galvanische Verzinkung, das Spritzverzinken oder das Sherardisieren an. Details zu den zuletzt genannten Verfahren finden sich in der entsprechenden Fachliteratur /OET1988, MAS2008/.

Unter den genannten Methoden erweist sich die Feuerverzinkung als extrem witterungsbeständig, da sich nur hier unterschiedlich zusammengesetzte Eisen-Zink Legierungsschichten ausbilden, die für die Korrosionsbeständigkeit und die Haftfähigkeit des Zinküberzugs unabdingbar sind. Unterschieden wird zwischen der (meist) nicht sichtbaren γ -Schicht mit einem Eisen Anteil von rd. 21%-28%, der δ -Schicht mit einem Eisen Anteil von 7% bis 12% und einer Vickers Härte von 273-358HV, der ζ -Schicht mit einem Eisen Anteil von rd. 6% und einer Vickers Härte von 118-212HV und der η -Schicht mit einem Eisen Anteil von rd. 0,1% und einer Vickers Härte von 41-52HV /VOU2004/. Die einzelnen beim Feuerverzinken entstehenden Phasen sind mit ihren jeweiligen Härten in **(Bild 2-3)** dargestellt.

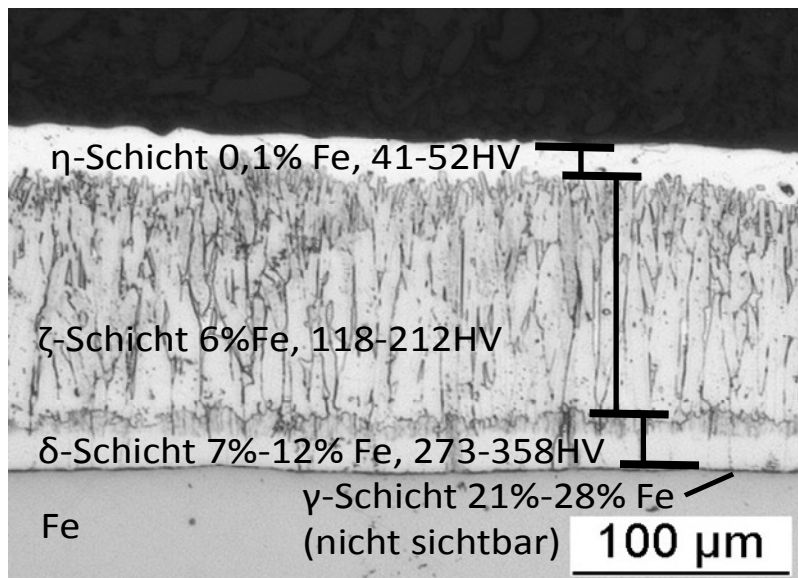


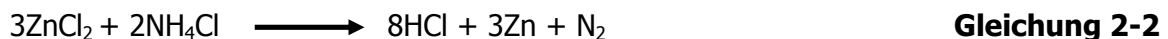
Bild 2-3: Aufbau eines im Feuerverzinken hergestellten Zinküberzugs mit Kennzeichnung und Angabe der Härte nach Vickers (HV) (nach /VOU2004/)

2.2 Beschreibung des Verzinkungsprozesses

Reines Zink besitzt eine Schmelztemperatur von 419°C. Der eigentliche Verzinkungsvorgang erfolgt jedoch bei Temperaturen von 440°C bis 460°C, bzw. in besonderen Fällen auch höher (Hochtemperaturverzinkung) /MAS2008/. In Abhängigkeit von der Zinkschmelzentemperatur und den zulegierten Legierungsbestandteilen sowie der Stahlzusammensetzung des Verzinkungsgutes /THI2008/ bildet sich als Folge einer wechselseitigen Diffusion des flüssigen Zinks mit den Oberflächenbestandteilen des Werkstoffs der für den Korrosionsschutz wesentliche Überzug aus unterschiedlich zusammengesetzten Eisen-Zink Legierungsschichten (Bild 2-3).

Die Haftbeständigkeit und die Qualität der Zinkschicht hängen maßgeblich vom Oberflächenzustand der zu verzinkenden Bauteile ab. Daher kommt einer sorgfältigen Reinigung des Verzinkungsguts eine besondere Bedeutung zu. Hierfür werden zunächst mittels eines alkalischen Spülmittels anhaftende Verunreinigungen wie Öle und Fette gründlich entfernt (**Bild 2-4a**) und anschließend nach einer kurzen Wasserspülung (**Bild 2-4b**) in einer verdünnten Mineralsäure gebeizt, um Eisenoxide von der Oberfläche abzulösen (**Bild 2-4c**). Zum Einsatz kommt hierbei entweder Salz- oder Schwefelsäure. Die Verwendung von Salzsäure bietet neben einer wesentlich besseren Handhabung und einer guten Beizgeschwindigkeit vor allem ein gutes Beizergebnis ohne Gefahr des Einflusses etwaiger Beizrückstände auf das Verzinkungsergebnis. Bei Verwendung von Schwefelsäure hingegen ist der Gesamtverbrauch an Beize deutlich geringer und damit wirtschaftlicher /MAS2008/, allerdings ist hier unter anderem die Gefahr von Beizfehlern (Anhaftungen von Beizrückständen, ungleichmäßiges Beizergebnis etc.) groß, sodass bevorzugt Salzsäure zum Einsatz kommt /MAS2008/. Die Zugabe eines Inhibitors ist in jedem Fall erforderlich, um einen zu starken Metallabtrag zu verhindern und die damit verbundene Wasserstofffreisetzung zu minimieren. Die beim Verzinken von Stählen höherer Festigkeit (z.B. Schrauben) zu beachtende Gefahr einer wasserstoffinduzierten Spannungsrisskorrosion wird somit deutlich entschärft /RIE1986, KLO1992, LAN1993, SCH2005, AIF11577N/.

Nach einer weiteren Wasserspülung (**Bild 2-4d**) erfolgt anschließend die Aufbringung eines Flussmittels (**Bild 2-4e**), welches in der Regel aus einem Gemisch aus ZnCl_2 und NH_4Cl besteht und die metallurgische Reaktion zwischen der Stahloberfläche und der Zinkschmelze unterstützt. Infolge einer thermischen Reaktion beim Feuerverzinken werden unter anderem geringe Mengen an Salzsäure freigesetzt, die übriggebliebene Oxid- und Zunderreste von der Oberfläche entfernt (**Gleichung 2-2**). Das Flussmittel wird daher oft auch als Feinbeize bezeichnet.



Bei der sogenannten Trockenverzinkung wird das Flussmittel in einem eigenen Schritt auf das Verzinkungsgut aufgebracht und anschließend auf der zu verzinkenden Oberfläche üblicherweise in einer Trockengrube (rel. Luftfeuchtigkeit $\leq 40\%$) oder in einem Trockenofen angetrocknet (**Bild 2-4f**). Bei der in der Arbeit nicht praktizierten Nassverzinkung schwimmt das Flussmittel als eigenständige Phase auf der Zinkschmelze. Während des Eintauchvorgangs wird das Verzinkungsgut mit dem Flussmittel benetzt und direkt im Anschluss erfolgt der eigentliche Verzinkungsvorgang. Die Nassverzinkung erfordert den Einsatz temperaturbeständigerer Flussmittelzusammensetzungen, die darüberhinaus aufgrund der relativ geringen Einwirkzeit chemisch aggressiver sind. Damit einhergehend sind höhere Umweltbelastungen verbunden.

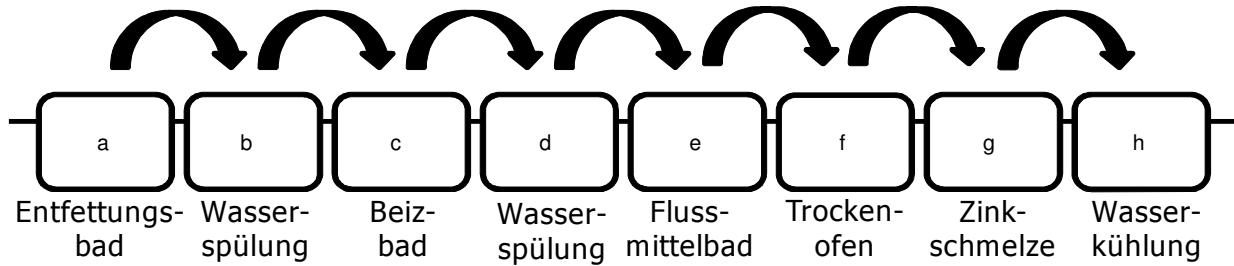


Bild 2-4: Allgemeine Prozessreihenfolge beim Feuerverzinken, /MAS2008/

Unabhängig von Nass- oder Trockenverzinkung wird das Verzinkungsgut bei beiden Verfahren je nach gewünschter Dicke des Zinküberzugs -bei Baustählen für rund 5 bis 15min- in die flüssige Zinkschmelze eingetaucht (**Bild 2-4g**).

Beim Herausziehen der feuerverzinkten Bauteile aus der Zinkschmelze bleibt meist noch eine Schicht aus überschüssigem Zink zurück, die durch Schleudern des Verzinkungsguts im direkten Anschluss an den Verzinkungsvorgang entfernt werden kann. Abschließend können die verzinkten Teile noch im Wasserbad abgekühlt werden (**Bild 2-4h**).

2.3 Anforderungen an den Werkstoff beim Feuerverzinken

Eine besondere Bedeutung für das Wachstum, die Dicke und die Struktur von den beim Feuerverzinken erzeugten Zinküberzügen kommt neben der chemischen Zusammensetzung der Zinkschmelze und der Verzinkungstemperatur, der chemischen Zusammensetzung des zu verzinkenden Stahls zu /THI2008/. Dabei werden insbesondere den Silizium- und Phosphorgehalten ein bedeutender Faktor zugeschrieben.

Für Silizium werden vier technisch relevante Bereiche unterschieden, deren Eigenschaften im Folgenden bei einer Verzinkungstemperatur von 450°C und 10min Tauchdauer betrachtet werden (**Bild 2-5**), /MAS2008/. Der Niedrigsiliziumbereich mit maximal 0,035% Silizium in Stählen ist nach Darstellung der Autoren gekennzeichnet von einem zeitlich parabolischen Schichtwachstum (gemeint ist hier ein logarithmisches Wachstum) und gleichmäßig dicken Zinkschichten mit insgesamt guten Verzinkungsergebnissen ohne Fehler oder Unregelmäßigkeiten im Schichtaufbau. Maaß und Peisker schreiben dazu, dass die reine gasfreie α -Eisen Randzone bei diesen Stählen eine hohe Reaktivität mit Zink aus der Schmelze hervorruft, was zur schnellen Bildung einer δ -Schicht führt. Im weiteren Verlauf der Reaktion reißt der stoffliche Verbund zwischen Stahl und δ -Schicht ab und es entsteht ein Spalt, was zu einer Behinderung des Stofftransports (Eisen-Zink Diffusion) führt /MAS2008/. Es wird angenommen, dass die Ursache für das beschriebene Verhalten einerseits in „der Unfähigkeit der kompakten δ -Phase einem sich ändernden Phasengrenzverlauf zu folgen“ begründet ist, andererseits könnten Gase wie Wasserstoff aus dem Inneren des Stahls verzögert an die Oberfläche diffundieren und bei ihrem Austritt (Effusion) den stofflichen Verbund zwischen Stahl und δ -Schicht beeinträchtigen. Der dabei sich manifestierende Spalt führt in der Folge zu dem zeitlich logarithmischen Wachstum der Schichtdicke /MAS2008/. Im Sandelin Bereich mit Silizium Gehalten von 0,035% bis 0,120% dominiert ein zeitlich lineares Schichtwachstum. Als Erklärung wird hierfür in /MAS2008/ die fehlende gasarme Randschicht aus α -Eisen genannt, was dazu führt, dass sich zu Beginn des Verzinkungsvorgang keine kompakte δ -Schicht ausbildet und der

stoffliche Verbund von Zinkschicht und Stahl erhalten bleibt (keine Spaltbildung). Die so gebildete Zinkschicht wächst schnell und zeitlich linear an und weist eine relativ lockere und an der Oberfläche ungleichmäßige Struktur auf. Letzteres kommt nach /MAS2008/ daher, dass direkt beim Eintauchen in die Schmelze Wasserstoff freigesetzt wird und zu einem Abtransport der Eisen-Zink Legierungsschichten aus der Reaktionszone Stahl-Zink führt. Der Sebisty Bereich erstreckt sich von 0,12% bis 0,28% Siliziumanteil im Stahl. Dort liegt ein zeitlich logarithmisches Schichtwachstum vor wobei die erreichten Schichtdicken insgesamt relativ dünn sind und eine kompakte δ -Schicht aufweisen (siehe Bild 2-3). Maaß und Peisker gehen davon aus, dass sich auch hier ein Spalt im stofflichen Verbund zwischen Stahl und der δ -Schicht bildet, durch den der Materialtransport (Eisen-Zink Diffusion) behindert wird. Der sogenannte Sebisty Effekt besteht darin, dass mit steigender Verzinkungstemperatur die Verzinkungsgeschwindigkeit sinkt. Als Grund wird in /MAS2008/ die Wasserstoff Nachdiffusion aus dem Stahlinneren genannt, die die rasche Wasserstoff Effusion aus der Randschicht nicht zu kompensieren vermag. Dadurch soll zumindest kurzzeitig eine wasserstoffverarmte Randschicht entstehen, die mit Zink reagiert und zu einer kompakten δ -Schicht führt. Ein Siliziumanteil ab 0,28% wird als Hochsiliziumbereich bezeichnet. Das Schichtwachstum folgt hier einem zeitlich linearen Verlauf, die Schichtdicken sind insgesamt voluminös. Für tiefergehende Erläuterungen zum Einfluss von Siliziumgehalten und Verzinkungstemperatur auf das Schichtwachstum sei an der Stelle auf /MAS2008/ verwiesen.

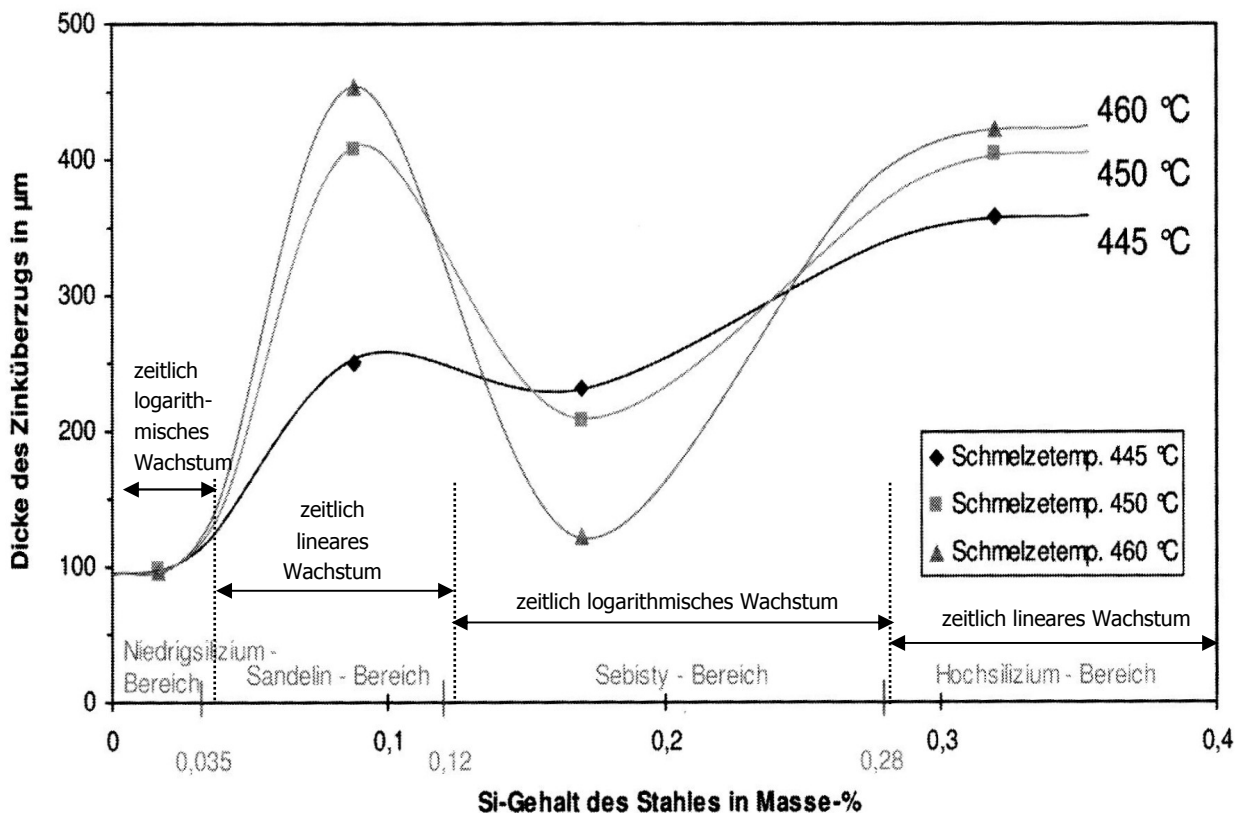


Bild 2-5: Schichtdickenwachstum bei den vier unterschiedlichen Siliziumgehalten im Stahl bei 10min Tauchdauer und drei unterschiedlichen Temperaturen /THI2006/

Dem Stahlbegleiter Phosphor wird unterhalb von Gehalten von rd. 0,020% keine Bedeutung auf das Verzinkungsergebnis beigemessen /MAS2008/. Oberhalb von 0,020% ist der Einfluss von Phosphor umso größer je niedriger der Siliziumanteil der Stähle und je niedriger die Temperatur

der Zinkschmelze ist /MAS2008/. Bei Stählen mit einem Siliziumanteil von $\leq 0,12\%$ (Sandelin Bereich) und einem Phosphorgehalt von $> 0,020\%$ zeigt sich ein verstärktes Schichtwachstum bei allen betrachteten Temperaturen, wobei mit abnehmender Schmelzentemperatur die Reaktionsgeschwindigkeit zunimmt und die Schichtdicke überproportional ansteigt. Die Abhängigkeit der Schichtdicke vom Siliziumgehalt des Stahls ist für den beschriebenen Fall vergleichbar mit dem Sebisty Bereich unter Verwendung phosphorarmer Stähle ($< 0,020\%$ Phosphor). Eine Erklärung für den Effekt ist nach /KAT1997/ darin zu sehen, dass es -unter den gegebenen Voraussetzungen- bei höherer Temperatur zu einem Abschwimmen der ζ -Phase in die Zinkschmelze kommt. Für den Sebisty- und Hochsiliziumbereich werden unter Verwendung von Stählen mit höherem Phosphorgehalt generell höhere Schichtdicken gemessen /KAT1997/. Ein Abschwimmen der ζ -Phase tritt hier nicht auf.

Bezüglich des Werkstoffzustands der Stähle haben Kaltverformungen und damit verbundene Eigenspannungen des Bauteils Auswirkungen auf das Verzinkungsergebnis. In /OET1988/ wird für den Fall einer Kaltverformung die Verwendung eines alterungsbeständigeren Stahls oder ein Spannungsarmglühen empfohlen. Etwas differenzierter beschreibt /PIN2009/, dass eine kontrollierte Kaltverformung unter Beachtung einer maximal plastischen Verformung im Hinblick auf eine Schädigung des zu verzinkenden Materials durch Risse keine maßgebliche Rolle spielt. Andererseits sollen massive plastische Verformungen hohe Eigenspannungen hervorrufen, wodurch Schwachstellen wie Seigerungen, Poren o.ä. im Materialgefüge als Rissinitiierungspunkte entstehen. Kaltverformtes und damit eigenspannungsbehaftetes Verzinkungsgut ist in den Arbeiten von /FEL2009/ und /FES2004/ untersucht worden. Die Autoren kommen zu dem Schluss, dass bei der Verzinkung eigenspannungsbehafteter Bauteile mit einer erhöhten Anzahl von Verzinkungsschäden (Verzinkungsrissen) zu rechnen ist.

In der /DIN EN ISO 1461:1999/ werden an den zu verzinkenden Werkstoff noch weitere Anforderungen (z.B. Oberflächengüte) definiert, die für die in der vorliegenden Arbeit verwendeten Stähle aufgrund der später beschriebenen Werkstoffauswahl und der definierten Vorbehandlung der Proben von eher untergeordneter Bedeutung sind. Zur generellen Verzinkbarkeit wird angemerkt, dass unlegierte und niedrig legierte Stähle sowie Gusseisen üblicherweise als zum Feuerverzinken geeignet angesehen werden. Bei der Verwendung von Stählen höherer Festigkeit ist mit einem erhöhten Risiko von Verzinkungsrissen zu rechnen, weshalb vor dem Beizen und Verzinken „ein Fachmann hinzugezogen werden sollte“ /DIN EN ISO 1461:1999/. Die Anfälligkeit der Rissbildung für diese Stähle liegt in der geringen Verformungsfähigkeit begründet, die in Verbindung mit thermischen Beanspruchungen wie z.B. beim Eintauchen in die heiße Schmelze, zu hohen Spannungen im Bauteil führen kann.

2.4 Eigenschaften unterschiedlich legierter Zinkschmelzen

Um die Dicke sowie die Optik des Zinküberzugs gezielt beeinflussen zu können und ein an die jeweiligen Anforderungen optimiertes Verzinkungsergebnis zu erhalten, werden den Zinkschmelzen bestimmte chemische Elemente zulegiert. Die Auswirkungen der wesentlichen Legierungselemente Blei, Zinn und Wismuth auf das Verzinkungsergebnis werden im Folgenden beschrieben, für weitergehende Informationen sei an der Stelle auf /INT2006/ verwiesen.

Blei (Pb):

Die meisten Verzinkereien verwenden Zinklegierungen mit Bleigehalten von 0,7 bis 1,2 Gew. % (Bleisättigung /INF2012/). Dadurch bildet sich am Kesselboden ein Bleisumpf, auf dem sich das durch Eiseneintrag in die Schmelze entstehende Hartzink aufgrund seiner -gegenüber Blei- geringeren Dichte sammelt und relativ einfach abgeschöpft werden kann. Darüberhinaus fördert ein hoher Bleigehalt die Benetzung des Verzinkungsguts und sorgt damit für ein gleichmäßigeres Schichtwachstum. In erkaltetem Zustand der Zinkschmelze scheidet sich Blei aufgrund der geringeren Löslichkeit in Form von kleinen Tröpfchen in der Größenordnung von 1µm bis 5µm besonders an Phasengrenzen in Oberflächennähe aus /MAS2008/.

Wismuth (Bi):

Hauptsächlich in nordamerikanischen Zinkschmelzen findet sich das Legierungselement Wismuth, welches in den dortigen Lagerstätten für Blei und Zinn als Begleitelement vorhanden ist. In deutschen Verzinkereien hingegen spielt Wismuth als Legierungselement bisher kaum eine Rolle. Wismuthgehalte von 0,1% wurden selten überschritten /BEG2000/, obwohl nach der 1999 zurückgezogenen DIN50976 Gehalte bis rund 0,5% möglich waren /DIN50976/. In Bezug auf die Reduktion der Oberflächenspannung der Schmelzen und damit auf die Benetzung des Verzinkungsguts können in Zinkschmelzen 10g Blei durch 1g Wismuth ersetzt werden, wobei allerdings die Mengen- und Verbrauchersparnis aufgrund des deutlich höheren Marktpreises für Wismuth egalisiert wird. Allerdings wird in jüngster Zeit auch in Deutschland aus Gründen des Umwelt- und Arbeitsschutzes das Legierungselement Blei zunehmend durch das unbedenklichere Wismuth ersetzt /SCH2002/.

Zinn (Sn):

Das Legierungselement Zinn reduziert das Schichtwachstum insbesondere in dem für die Verzinkung wichtigen Sandelin Bereich mit Siliziumgehalten im Stahl von 0,035% bis 0,120%. Bei Verwendung von Stählen mit den genannten Siliziumgehalten werden lockere und ungleichmäßige Schichten gebildet, deren Dicke durch Zugabe von Zinn in die Zinkschmelze reduziert und deren Struktur dadurch insgesamt gleichmäßiger ausgebildet wird. Die Beigabe von Zinn erfolgt auch aus optischen Gründen, da Lichtreflexe und Muster (Zinkblumen) auf verzinkten Oberflächen oftmals ausdrücklich erwünscht sind. In der Vergangenheit waren Zinngehalte in der Größenordnung bis rund 1% üblich /SCH2002/, die durch geltende Normen abgedeckt waren. In erkaltetem Zustand der Zinkschmelze reichert sich Zinn an der äußeren Palisadenschicht (ζ-Schicht) an /MAS2008/.

In der ab 1999 gültigen /DIN EN ISO 1461:1999/ wurden aufgrund des allgemeinen Wunsches nach besser kontrollierbaren Schichten die Gesamtgehalte an Legierungselementen von 1,5%

-nach DIN 50976-, auf 2% angehoben, wodurch sich die Oberflächenspannung der Schmelze reduziert. Dies kam besonders dem Verzinken reaktiver Stähle zugute (Stahlsorten mit erhöhten Silizium- und Phosphorgehalten), bei denen sich somit dünnere und gleichmäßigere Schichten entwickelten /FRA2002/. Unter Verwendung solcher höherlegierten Zinkschmelzen kam es in der Folge etwa ab dem Jahre 2000 zu einer Häufung von Rissen, die im Zusammenhang mit einer Feuerverzinkung zu sehen waren und deren Ursachen zunächst nicht eindeutig geklärt werden konnten. Vor diesem Hintergrund werden seit dem Jahr 2009 drei Zinkbadklassen mit jeweils vorgeschriebenen Maximalgehalte an Legierungselementen definiert, die in der DAST Richtlinie 022 beschrieben sind /DASTri022/. In **Bild 2-6** wird das in der vorliegenden Arbeit hauptsächlich relevante System Zn-Sn-Pb auszugsweise dargestellt. Für tiefergehende thermodynamische Betrachtungen sei an der Stelle auf die Berechnungen in /IGF265ZBG/ verwiesen.

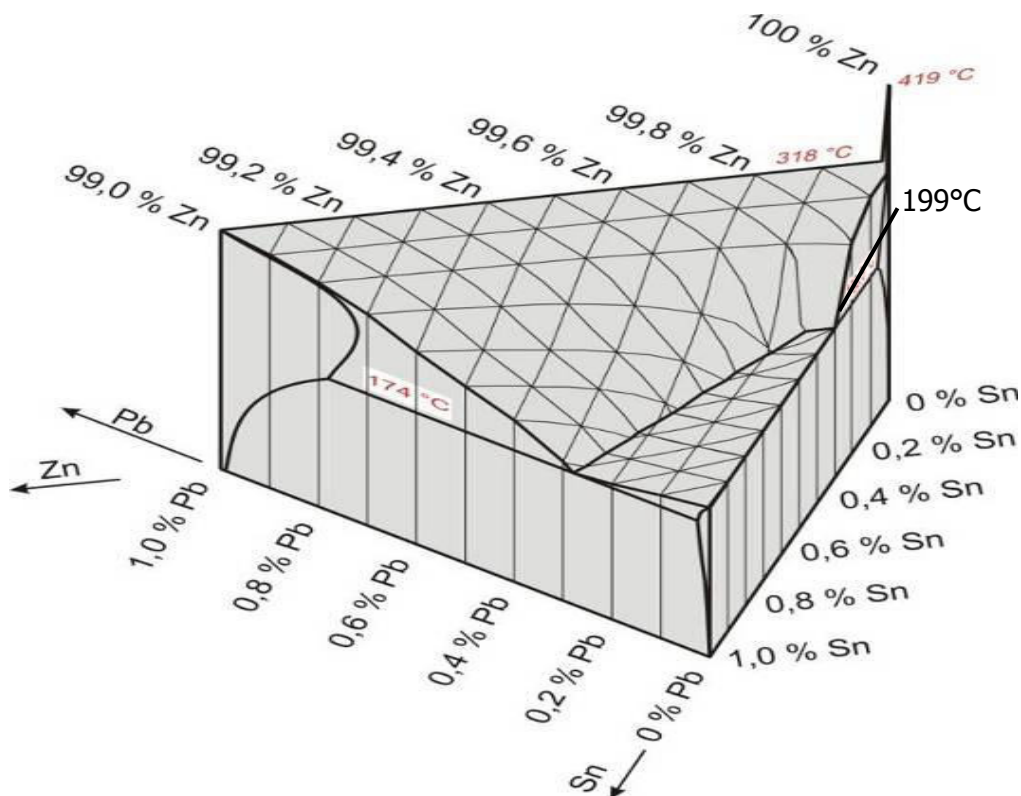


Bild 2-6: Dreistoffsystem Zn-Sn-Pb aus quasibinären Schnitten zusammengesetzt mit selektiver Angabe von Erstarrungstemperaturen /IGF265ZBG/

Im Bild dargestellt ist die zinkreiche Ecke des Gesamtsystems mit einer Erstarrungstemperatur von 419°C bei Reinzink. Die markierte Fläche kennzeichnet die Phasengrenze von den flüssigen Phasen aus den Elementen Zink, Blei und Zinn und einer Phase aus bereits erstarrtem Zink. Markant ist der Rückgang der Erstarrungstemperatur von 419°C auf 318°C im Zweistoffsystem Zn-Pb, was auf eine geringe Löslichkeit von Blei in Zink hindeutet. Durch Zugabe von Blei entwickelt sich in der Zinkschmelze daher relativ schnell der beschriebene Bleisumpf, der wie oben beschrieben in der Praxis erwünscht ist. Im Zweistoffsystem Zn-Sn reduziert sich die Erstarrungstemperatur auf 199°C, wobei die Löslichkeit von Zinn in Zink im Vergleich zur Löslichkeit von Blei im Zweistoffsystem Zn-Pb, etwas höher liegt. Im Bereich von etwa 0,7% Sn und 0,3% Pb bildet sich im Dreistoffsystem ein bei 174°C schmelzendes Eutektikum. Bei der Zusammensetzung und Auswahl der Zinkschmelzen sind solche Sachverhalte insbesondere auf die nachfolgend beschriebene LMAC Rissbildung zu berücksichtigen.

2.5 Spannungsrissskorrosion und LMAC Rissbildung

Der grundsätzliche Schadensmechanismus der Spannungsrissskorrosion (SpRK) ist gekennzeichnet von der Schädigung eines Grundmaterials (Werkstoff) durch die Anwesenheit eines korrosiv wirkenden Mediums (korrosive Beanspruchung), das in flüssiger, gasförmiger oder fester Form vorliegen kann (**Bild 2-7**). In Kombination mit gleichzeitig vorhandenen Zugspannungen (mechanische Beanspruchung) kommt es zu Werkstofftrennungen und in der direkten Folge zu einem Riss. Den Zugspannungen können unterschiedliche Ursachen, wie äußere Belastungen, Eigenspannungen, thermische Spannungen etc., zugrunde liegen. Bei der Spannungsrissskorrosion erfolgt die Schädigung über Angreifen des korrosiven Mediums an die Oberfläche (Adsorption) des Grundmaterials oder über Eindiffundieren in den Grundwerkstoff. Dabei werden die Bindungskräfte der Atome herabgesetzt und in Verbindung mit einer Zugspannung ein verformungsarmer Bruch ausgelöst /ENG1969/. Eine Spannungsrissskorrosion tritt nicht auf, sobald eine der Einflussgrößen nicht mehr vorliegt. Über eine Veränderung am Werkstoff (oder Werkstoffzustand) oder des korrosiv wirkenden Mediums oder der mechanischen Beanspruchung kann daher eine Spannungsrissskorrosion verhindert werden.

In /SCH1978/ und /HER1978/ wurden umfangreiche Untersuchungen zur Spannungsrissskorrosion an verschiedenen Werkstoff-Medium Kombinationen durchgeführt, wobei für jedes untersuchte System jeweils spezifische Kenntnisse gewonnen werden konnten. Allgemein zuverlässige Aussagen über die Kritikalität eines bestimmten Systems gegenüber einer Spannungsrissskorrosion sind jedoch bis heute nicht möglich /PIN2009/. Ob ein Werkstoff-Medium System für eine Spannungsrissskorrosion anfällig ist oder nicht, entscheiden oftmals minimale Änderungen in der Ausgangssituation, was im Allgemeinen auf nicht beherrschbare Randbedingungen hindeutet.

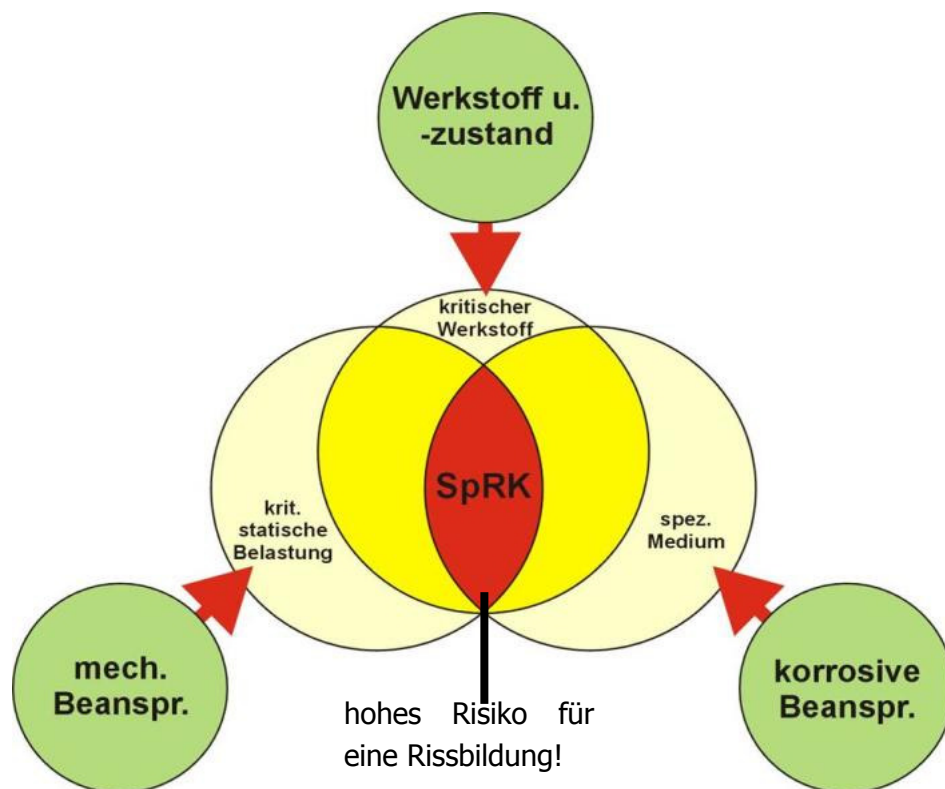


Bild 2-7: Bei der Spannungsrissskorrosion (SpRK) erforderliche Einflussgrößen /IfW2012/

Im Fall der infolge einer Feuerverzinkung entstehenden Rissbildung sind zwei Arten der Spannungsrissskorrosion von Bedeutung. Die hier nur kurz dargestellte wasserstoffinduzierte Spannungsrissskorrosion ist auf Diffusion von atomarem Wasserstoff beim Beizprozess zurückzuführen. Der Wasserstoff kann sich innerhalb des Grundmaterials zu molekularem Wasserstoff bilden und zu immensen Drücken führen. In Verbindung mit einer Zugspannung kann dann eine Spannungsrissskorrosion ausgelöst werden. Der Wasserstoffeintrag findet im Wesentlichen bei dem für die Vorbehandlung des Verzinkungsguts erforderlichen Beizprozess statt. Bei Zugabe eines geeigneten Inhibitors in die Beizlösung kann der Wasserstoffeintrag unterbunden und das Auftreten einer wasserstoffinduzierten Spannungsrissskorrosion vermieden werden. Weitergehende Literatur hierzu findet sich in /RIE1986, KLO1992, LAN1993, SCH2005, AIF11577N/.

Die zweite Art der Spannungsrissskorrosion ist die flüssigmetallinduzierte Spannungsrissskorrosion, bei der z.B. schmelzflüssiges Zink als korrosives Medium entlang der Korngrenzen des betreffenden Werkstoffs in die unter Zugspannung stehenden Gefügebereiche eindringt und zu einer erheblichen Schwächung des Gefügezusammenhaltes führt. Die Zugspannungen können dabei thermische Spannungen sein, bedingt durch die ungleichmäßige Erwärmung des Werkstücks beim Eintauchen in die Zinkschmelze /BEY1994/, fertigungsbedingte Eigenspannungen z.B. aus einer vorangegangenen Kaltumformung /FES2004/ oder einem Schweißvorgang /SED2004/, oder Lastspannungen, die aus dem Eigengewicht des Bauteils bei seiner Handhabung resultieren. In der Folge entstehen Risse mit unterschiedlichen Ausmaßen und unterschiedlichen Auswirkungen für die Betriebs- und Standsicherheit des betreffenden Bauteils. Während die makroskopisch sichtbaren Risse direkt als Verzinkungsschäden erkannt werden und die betreffenden Bauteile nicht zum Einsatz kommen (**Bild 2-8**), stellen die Risse, die nicht zu erkennen sind, eine erhebliche Beeinträchtigung für die Stand- und Betriebssicherheit und im schlimmsten Fall eine Gefahr für die Gesundheit von Menschen dar /WIN2005/.

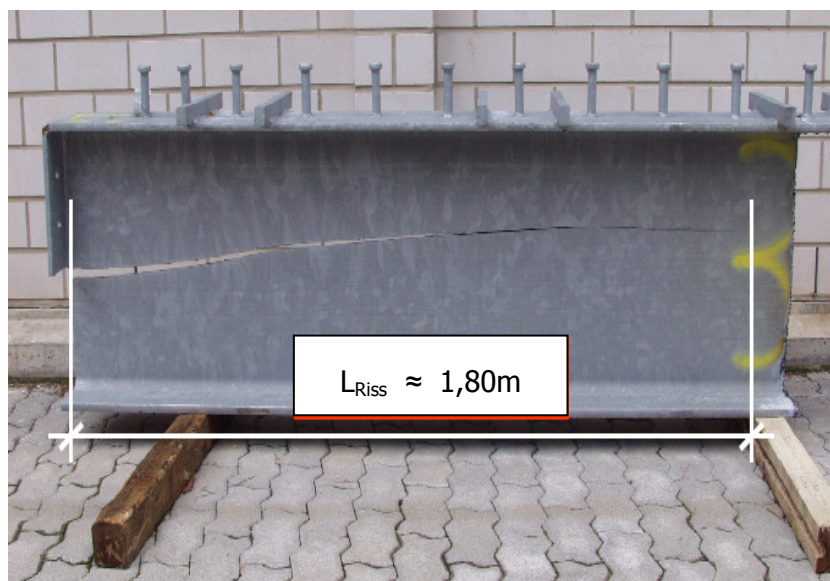


Bild 2-8: Gerissener Endbereich eines Trägers mit halber Kopfplatte /PIN2009/

Die Auswirkung einer makroskopisch nicht erkennbaren Rissbildung auf die Beanspruchbarkeit eines kaltgeformten Stangenabschnitts (12mm-Stabstahl aus dem Werkstoff S235 / ReH >

235MPa und R_m von 340 bis 470MPa) verdeutlicht das Ergebnis der nachfolgend beschriebenen Untersuchung /INT2008/ (**Bild 2-9**), Teilbild (a). Im ersten Teil der Untersuchung konnte die an beiden Enden auf 50mm Länge rechtwinklig kaltverformte Stange ohne eine erkennbare Schädigung zurückgebogen werden (Teilbild (b)).

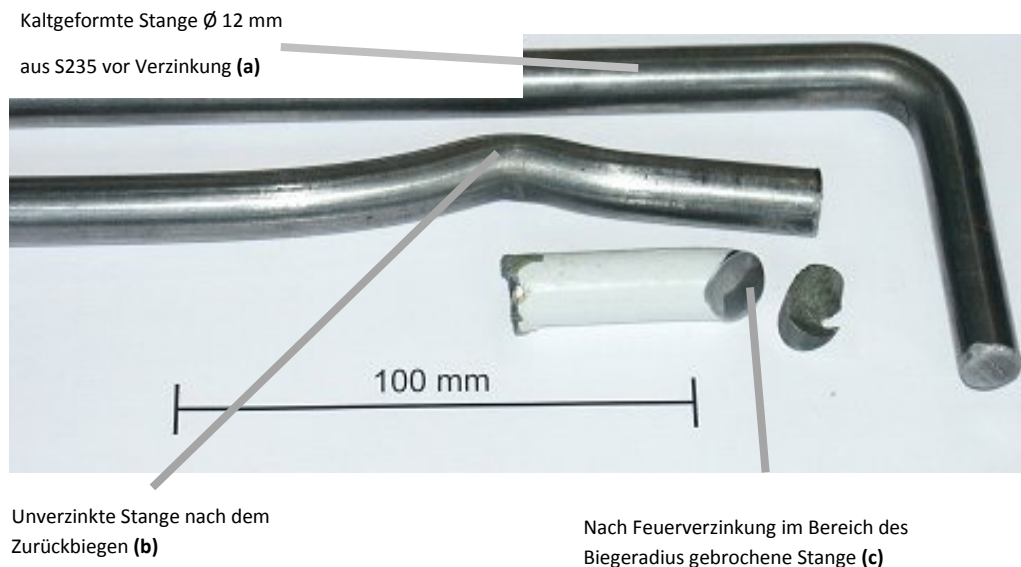


Bild 2-9: Bruch einer kaltgeformten Stange aus S235 infolge fertigungsinduzierter Zugeigenspannungen /INT2008/

Im zweiten Teil der Untersuchung wurde die abgebogene Stange feuerverzinkt, wobei es dabei zur Rissbildung kam und in der Folge zum Bruch der Stange im Bereich des Biegeradius (Teilbild (c)). Ursächlich für die Rissentstehung beim Verzinken ist das vorherige Kaltbiegen der Stangenenden. Durch die Rückfederung nach dem Kaltbiegen entstehen auf der Innenseite (Biegedruckseite) fertigungsinduzierte Zugeigenspannungen, die ohne weiteres die Höhe der Streckgrenze des verfestigten Werkstoffs erreichen können. Diese Zugeigenspannungen sind ursächlich für die Anfälligkeit des Werkstoffs, sodass beim Eintauchen in die Zinkschmelze der Mechanismus der oben beschriebenen spannungsinduzierten Rissbildung in der Flüssigzinkphase ausgelöst wird. Auf der Bruchfläche ist im Rissausgangsbereich über etwa ein Viertel des Durchmessers Zink nachweisbar. Charakteristisch für die flüssigmetallinduzierte Spannungsrissskorrosion ist der interkristalline (ik) Bruchverlauf sowie eine Belegung der Korngrenzen des Werkstoffs im Bruchausgangsbereich mit Zink (**Bild 2-10**). Der transkristalline (trk) Bruchbereich ist kennzeichnend für den Restgewaltbruch.

Neben den durch fertigungs- und lastinduzierte Zugspannungen entstandenen Rissbildungen sind auch Schäden bekannt, die auf thermisch bedingte Zugspannungen (Wärmespannungen) zurückzuführen sind, wie sie sich in massiven Bauteilen oder z.B. HV-Schrauben großer Abmessungen während des Tauchvorganges in die Zinkschmelze einstellen können /HAS1997/. Dabei wird der Randbereich des betreffenden Bauteils aufgrund des hohen Temperaturgradienten zwischen Bauteiloberfläche und Bauteilkern beim Eintauchen in die Schmelze in mehreren sich abwechselnden Zug- Druckzyklen plastisch verformt. Als Resultat verbleibt eine Zugspannung, die in Verbindung mit dem flüssigen Zink zu den vorher beschriebenen Rissen führt.

Makroaufnahme der Bruchfläche im REM

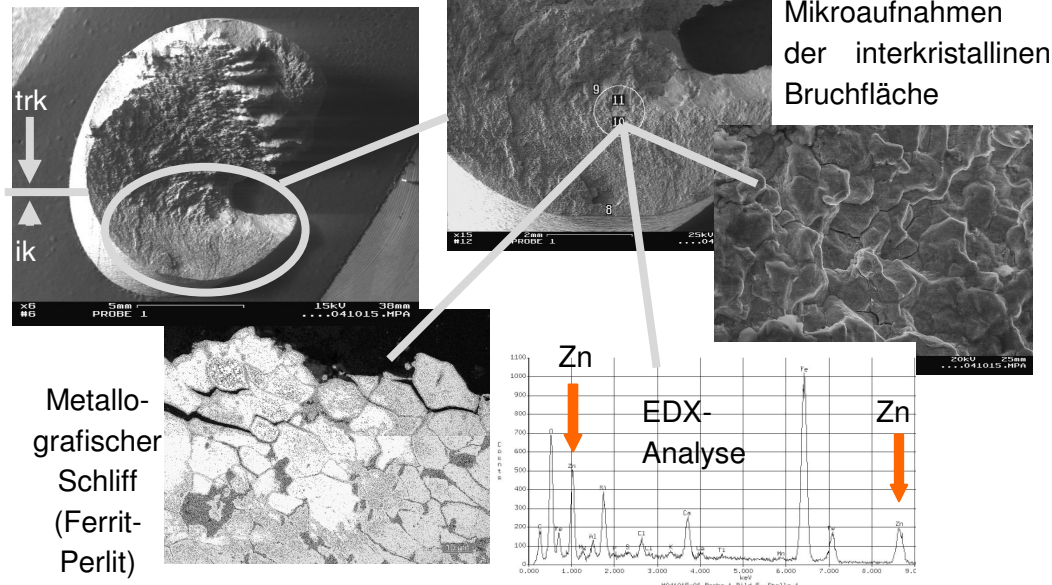


Bild 2-10: Kaltgeformte Stange aus S235: Oben: Bruchflächenuntersuchung mit dem Rasterelektronenmikroskop Unten: Gefüge im Bereich der Bruchfläche (links), Energiedispersive Röntgenmikroanalyse mit Zinknachweis (rechts), /INT2008/

Da bei allen in den dargestellten Beispielen verwendeten Werkstoffen unzulässige Abweichungen bei der Werkstoffzusammensetzung, dem Reinheitsgrad, der Oberflächenfeingestalt oder den mechanischen Kennwerten ausgeschlossen werden können, bedeutet dies, dass werkstofftechnische Aspekte allein nicht ausreichen, um den Rissbildungsmechanismus zu erklären. Dies bestätigen auch umfangreiche grundlegende Untersuchungen von /KAT2005/ und /WIN2005/.

Zu den wissenschaftlichen Ursachen des der LMAC Schädigung zugrundeliegenden Mechanismus' liegen bisher lediglich theoretische Beschreibungen vor. Eine der Hypothesen geht bei der Ursache des Eindringens des Zinks entlang der Korngrenzen des Werkstoffs von einer elektrochemischen Auflösung des Grundmaterials aus /ENG1969/, was heute allerdings als unwahrscheinlich angesehen wird. Die derzeitigen Hypothesen gehen von einem diffusionsgesteuerten Mechanismus aus. Dabei wird der Gefügezusammenhalt erheblich geschwächt und in Verbindung mit einer Zugspannung schließlich ein Riss ausgelöst. Ein Ansatz zu einer mathematischen Beschreibung dieser Schädigung wird in /KAU1995/ gegeben. Hier wird ausgehend von einer physikalischen Sichtweise das Eindiffundieren der die Korngrenzen schädigenden Elemente mit Hilfe der Fick'schen Gesetze theoretisch beschrieben. Bei diesen Betrachtungen wird die Korngrenze als kleiner Zwischenraum (Breite $\delta = 5\text{\AA}$) zweier Körner gesehen, bei denen in z-Richtung (Zeichenebene) keine Diffusion stattfindet (**Bild 2-11**). Dabei wird angenommen, dass die Diffusionsrate in den Korngrenzen (D_{gb}) und im Volumen (D_v) jeweils für sich konstant bleibt und im allgemeinen $D_{g,b} \gg D_v$ gilt /KAU1995/. Die Bezeichnung c steht allgemein für die Konzentration eines die Korngrenzen schädigenden Elements, die Bezeichnung t kennzeichnet die Diffusionsdauer. Mathematisch wird die Diffusion außerhalb der Korngrenze ($\delta/2 < |x|$) nach **Gleichung 2-3** beschrieben. Innerhalb der Korngrenze ($\delta/2 = |x|$) gilt die **Gleichung 2-4**, mit: $D_{gb} \frac{\partial c}{\partial x} \Big|_{|x|=\frac{\delta}{2}} = \frac{2D_v}{\delta}$.

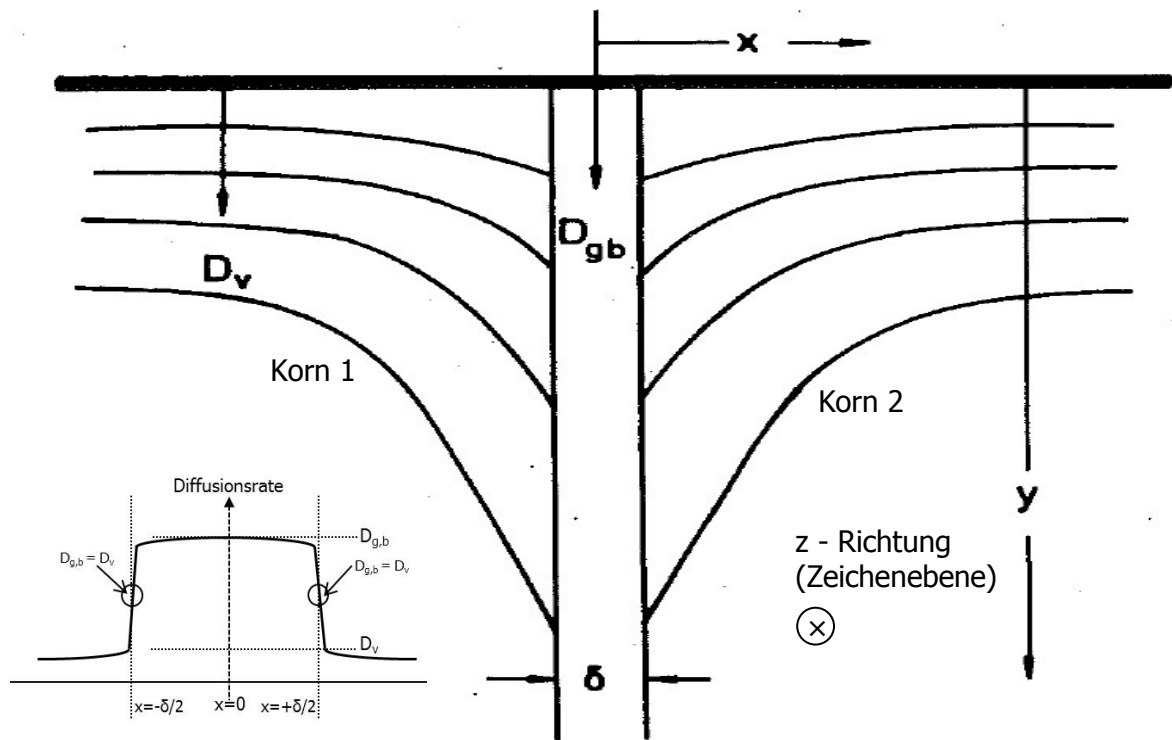


Bild 2-11: Zur Lage der Korngrenze und der Diffusionsrate bei Verwendung der Fick'schen Gesetze, (nach /KAU1995/)

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D_v \operatorname{div} \operatorname{grad} c = D_v \left[\frac{\partial^2 c}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 c}{\partial y^2} \right] \text{ für } |x| > \frac{\delta}{2}$$

Gleichung 2-3

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D_{gb} \frac{\partial^2 c}{\partial y^2} + \left[\frac{2D_v}{\delta} \right] \frac{\partial c}{\partial x} \text{ für } |x| = \frac{\delta}{2}$$

Gleichung 2-4

wobei: $\frac{\partial c}{\partial t}$ = partielle Ableitung der Konzentration c nach der Zeit t

c = Konzentration eines die Korngrenzen schädigenden Elements

t = Diffusionsdauer

D_{gb} = Diffusionsrate in den Korngrenzen

D_v = Diffusionsrate im Volumen

δ = Breite der Korngrenze

Eine Näherungslösung zu den obigen Gleichungen lautet:

$$c(x, y, t) = c_0 \exp \left[-\frac{2^{1/2} D_v^{1/4} y}{(s \delta D_{gb})^{1/2} (\pi t)^{1/4}} \right] \operatorname{erfc} \left[\left(\frac{x}{2} \right) (D_v t)^{1/2} \right]$$

Gleichung 2-5

wobei: c_0 = Konzentration eines die Korngrenzen schädigenden Elements zum Zeitpunkt t=0

erfc = Fehlerfunktion

s = spezifischer Vorfaktor

Die Diffusionsdauer wird dabei beschrieben durch t , wobei s einen nicht weiter definierten spezifischen Vorfaktor darstellt /KAU1995/. In Abhängigkeit der gewählten Randbedingungen kann somit eine Lösung der Gleichungen 2-3 und 2-4 berechnet werden. Es ist anzumerken, dass es sich um einen rein theoretischen Ansatz handelt, der bisher nicht überprüft wurde und der darüberhinaus das Zusammenspiel der Diffusion mit einer Zugspannung unberücksichtigt lässt.

Ein anderer Aspekt der Rissentstehung wird in /SCH2008/ dargelegt. Demnach bilden sich an den Korngrenzen unter Beteiligung oberflächenaktiver Elemente -z.B. aus (legierter) Zinkschmelze-, niedrigschmelzende Phasen, bestehend aus Elementen aus der Zinkschmelze und aus dem zu verzinkenden Grundmaterial. Die Festigkeit des Kornverbandes wird dadurch erheblich herabgesetzt, sodass es letztendlich zu interkristallinen Trennungen kommt (Rehbinder Effekt). Die bedingt durch den Abkühlprozess entstehenden Zugspannungen fördern ebenfalls die adsorptive Wanderung der die Korngrenzen schädigenden Elemente /SCH2008/. Nach **Bild 2-12** hängt die Rissentstehung allgemein von der zur Verfügung stehenden Menge der flüssigen (oberflächenaktiven) Substanzen ab sowie deren Verteilung und Erstarrungstemperatur auf der Kornoberfläche. Rissbegünstigend wirken sich dabei speziell die Substanzen aus, die sich als dünner benetzender Film über die (innere) Oberfläche der Kristalle ausbreiten (Bild 2-12, Teilbild a). Im Vergleich dazu können viskosere Flüssigkeiten mit einem geringeren Benetzungsgrad und höheren Erstarrungstemperaturen bereits vorhandene Werkstofftrennungen ausfüllen (Bild 2-12 Mitte), ohne dabei ein weiteres Risswachstum zu verursachen (Bild 2-12, Teilbild b). Eine Benetzung der Kristalle findet hier nicht statt.

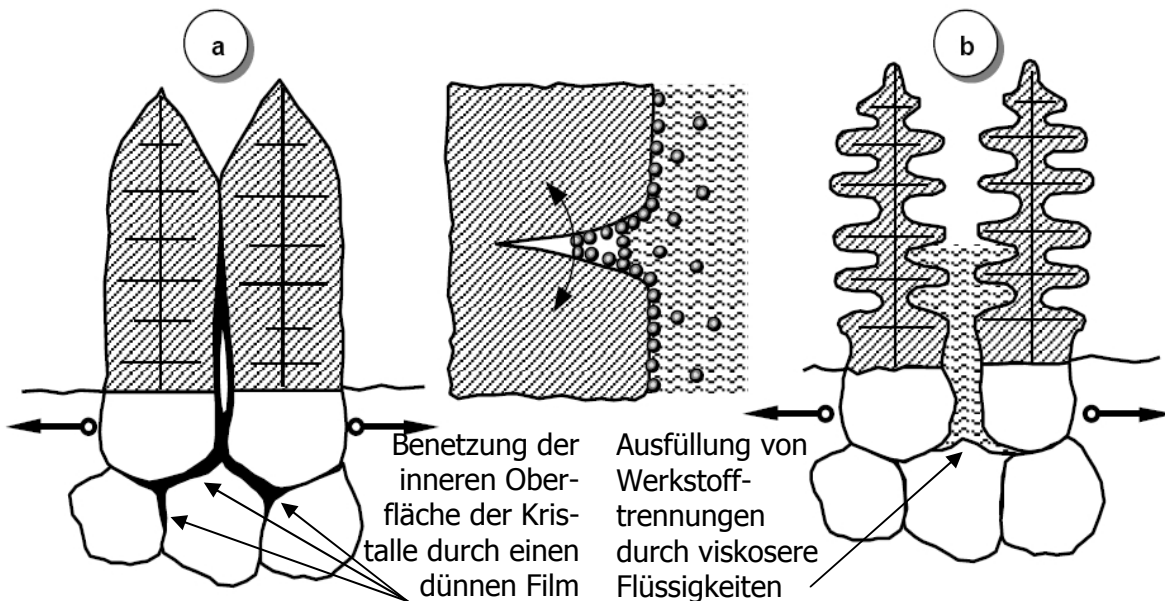


Bild 2-12: Zur Rissentstehung durch oberflächenaktive Elemente /SCH2008/

Eine weitere Theorie zum Schädigungsmechanismus wird in /GOR1982/ aufgestellt. Absorbierte Atome der Zinkschmelze werden an der Oberfläche des mit Flüssigmetall umgebenden Werkstoffs gelöst und dringen entlang den aufgrund einer Zugbeanspruchung gedehnten Korngrenzen in den Werkstoff ein. Die Duktilität des Materials wird dabei lokal reduziert und Gleitvorgänge im Metallgitter erschwert. Die Überschreitung einer kritischen Konzentration von Flüssigmetall in einem gewissen Tiefenbereich löst schließlich den interkristallinen Anriss im Bauteil aus. Ausgangspunkt ist dabei die Spitze eines Versetzungsaus, der sich unter anderem

an Hindernissen wie z.B. an Korngrenzen bildet. Korngrenzen sind für Versetzungen nicht durchdringbar, weswegen hier die Spannungen bezogen auf die durch die absorbierten Atome der Zinkschmelze reduzierte Duktilität des Materials überkritisch werden können /GOR1982/ (**Bild 2-13**).

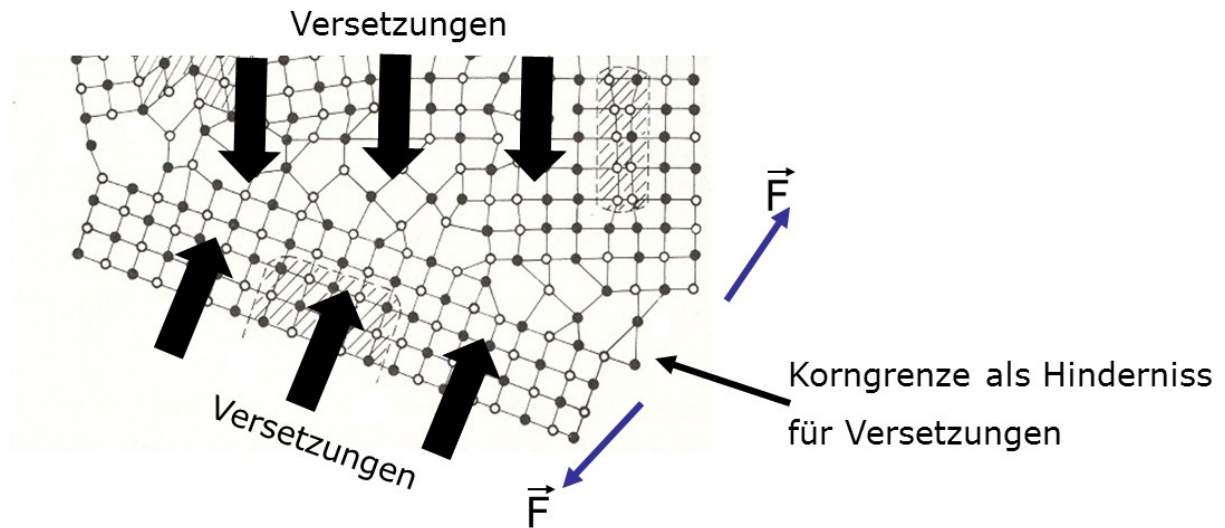


Bild 2-13: Zum Versetzungstau an einer Korngrenze

Unabhängig von den verschiedenen theoretischen Ansätzen zur Klärung der LMAC Rissbildung ist aufgrund der bisherigen Erkenntnisse in jedem Fall eine kritische Überlagerung von Werkstoff(zustand), Zinkschmelze und Beanspruchung während des Verzinkungsvorgangs notwendig, deren Grenzen zur Zeit noch nicht eindeutig geklärt sind (**Bild 2-14**).

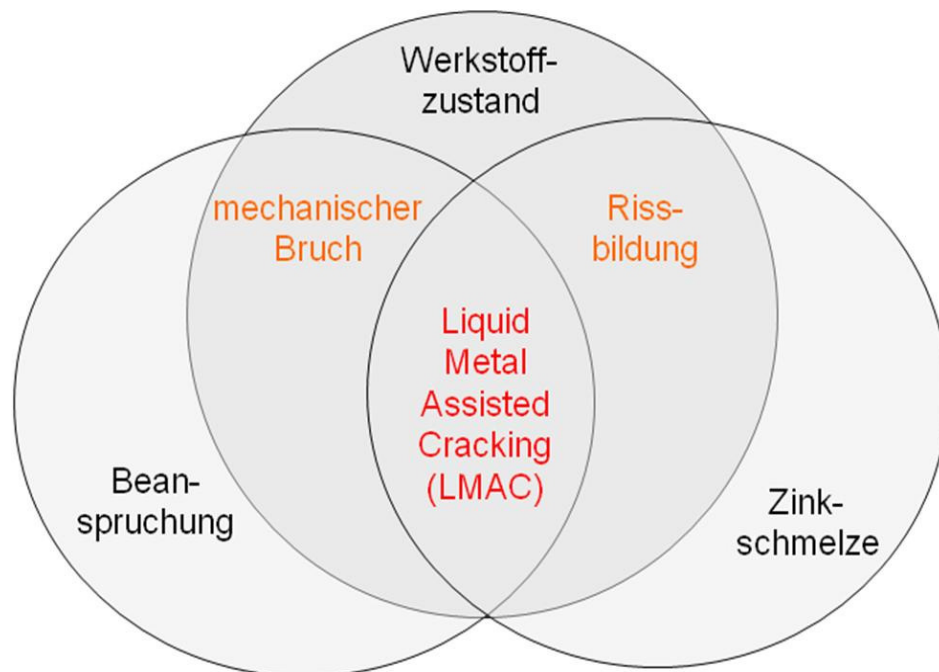


Bild 2-14: Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung (Liquid Metal Assisted Cracking - LMAC)

2.6 Bisher eingesetzte Versuchstechniken und Prüfverfahren

Bereits im Jahre 1953 untersuchte Rädeler eingehend die Bildung von Spannungsrissen an Verzinkungskesseln, die in Kontakt mit flüssigem Zink standen /RÄD1953/. In dem für die großtechnische Verzinkung interessanten Temperaturbereich um 450°C traten dabei in einer Reinzinkschmelze (99,99% Zn) sowohl bei „Kurzerreiversuchen“ als auch bei „Langzeit-Zugversuchen“ (Zeitstandversuche) an allen untersuchten Werkstoffen interkristalline Risse auf. Die Lebensdauer war dabei umso geringer, je größer die Zug-Belastung der Proben und je höher die Temperaturen der Zinkschmelzen waren. Ohne nähere Quantifizierung wurde festgestellt, dass „das flüssige Zink sehr schnell eine zerstörende Wirkung auf die Korngrenzen auszuüben vermag“. Im Rahmen von später durchgeführten Untersuchungen /RÄD1973/ wurden die Auswirkungen der Elemente Blei und Wismuth untersucht, wobei festgestellt wurde, dass sowohl von Blei als auch von Wismuth keine schädigende Wirkung ausgehen sollte. In beiden Untersuchungen wurde um die Probe herum ein Behälter angebracht, der mit flüssigem Zink befüllt wurde (**Bild 2-15**). Nach Abkühlung des Aufbaus wurde die Probe in die Prüfmaschine eingespannt, der Behälter mit dem Zink schmelzflüssig erhitzt und die Nennspannung für den Zeitstandversuch angefahren. Ausgewertet wurde die von angelegter Nennspannung und Zinkschmelzentemperatur abhängige Zeit bis zum Versagen der Probe.

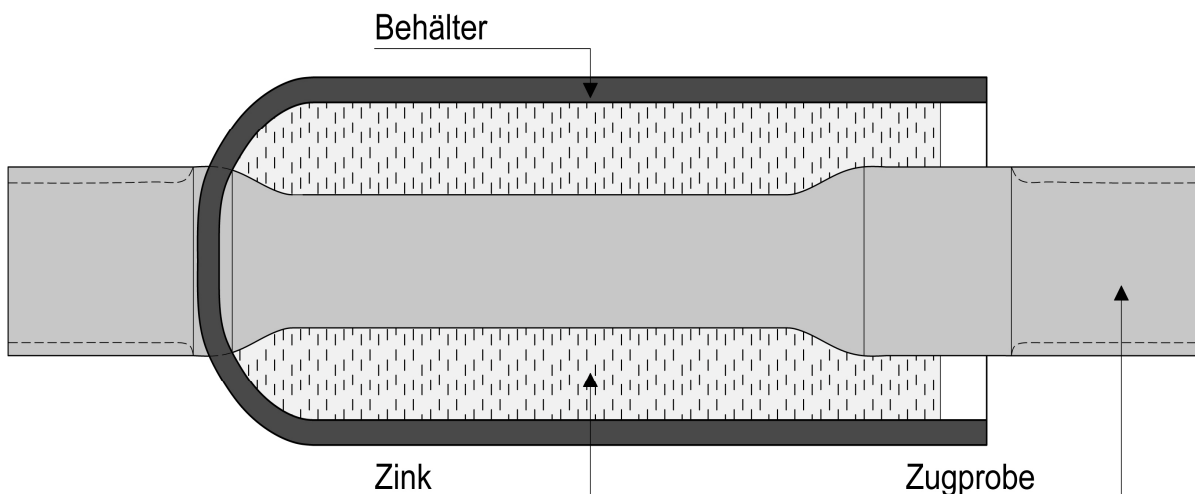


Bild 2-15: Versuchsanordnung für die Untersuchungen von Rädeler /RÄD1953/

Auch bei den 1965 von Nieth durchgeführten Versuchen wurde ein Behälter um die Probe angebracht. Der grundsätzliche Unterschied im Vergleich zum Versuchsablauf von Rädeler bestand darin, dass das flüssige Zink erst dann eingegossen wurde nachdem die Probe bereits unter der angegebenen Zugspannung stand /NIE1965/. Bei Nieth wurden verschiedene beruhigte und unberuhigte Stahlsorten verwendet. Ausgewertet wurden die Zeiten bis zum Bruch der Probe. Es ergaben sich innerhalb von rund 10min Brüche, was mit den heute in der Praxis üblichen Verzinkungszeiten von 5min bis 15min (bei massiven Stahlträgern) vergleichbar ist. Unter Berücksichtigung von in der Praxis vorkommenden Schäden ist die Versuchsvariante als realistisch einzustufen. Über die Zusammensetzungen der verwendeten Zinkschmelzen sowie über den Einfluss des Siliziumgehalts des Stahls finden sich keine Angaben.

Untersuchungen zum Verzinkungsverhalten von hochvergüteten Schrauben wurden 1997 von Hasselmann durchgeführt. Dabei wurden die Beanspruchungen von Schrauben verschiedener Größen beim Eintauchvorgang in die heiße Schmelze untersucht und mittels der finite Elemente Methode (FEM) abgebildet /HAS1997/. Die Ergebnisse zeigten speziell für Schrauben größer 24mm Durchmesser einen sich abwechselnden Druck-Zug Zyklus im Übergangsradius zwischen Schraubenschaft und Schraubenkopf, der in der Randschicht in Verbindung mit der einwirkenden Zinkschmelze zu Rissen führt. Unter Berücksichtigung der Tatsache, dass zu verzinkende Bauteile tendenziell immer massiver werden, sind die erzielten Erkenntnisse von weitreichender Bedeutung. Die in den beschriebenen Fällen entstehende Wärmedehnung ist unter den genannten Voraussetzungen mit ausschlaggebend für das Auftreten einer LMAC Schädigung. Bezüglich der Angaben über die Zusammensetzungen der verwendeten Zinkschmelzen wird bei /HAS1997/ lediglich auf „betriebliche Schmelzen“ hingewiesen.

1981 wurden an der TU Clausthal Bruchlastuntersuchungen an Zugproben und relativ niedrigen Dehngeschwindigkeiten von $4 \cdot 10^{-6} \text{sec}^{-1}$ bis $8 \cdot 10^{-9} \text{sec}^{-1}$ durchgeführt /KLE1981/. Zusätzlich wurde die Zusammensetzung des Flüssigmetalls (Betriebsschmelze, Reinzink und Legierung mit Blei) variiert. Der Versuchsaufbau war dabei vergleichbar mit dem von Rädeler. Allerdings sind aufgrund der zeitlichen Begrenzung für die Versuche auf 250h nur vereinzelte Proben gebrochen und auswertbar, sodass eine systematische Differenzierung zwischen den verwendeten Schmelzen nicht möglich war. Tendenziell konnte mit zunehmender Dehnrage eine erhöhte Anzahl von Brüchen festgestellt werden.

Eine weitere Untersuchung zur Spannungsrisskorrosion von Baustählen in flüssigem Zink wurde 1992 von Klemens durchgeführt /KLE1992/. Dabei wurden unter Verwendung einer nicht näher spezifizierten Zinkschmelze bis zur Streckgrenze vorgespannte Zugproben im Relaxationsversuch geprüft und die Proben auf Risse untersucht. In einem zweiten Teil wurden die in die Schmelze getauchten Proben mit Dehnraten von $5 \cdot 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ bis $5 \cdot 10^{-6} \text{sec}^{-1}$ weggesteuert im Zugversuch geprüft. Da bei beiden Versuchsarten keine zuverlässig reproduzierbaren Risse erzeugt werden konnten, stehen die Ergebnisse in Diskrepanz zu den in der Praxis auftretenden und in der weitergehenden Literatur umfassend beschriebenen Rissbildungen /BEY1994, BRE2006, FEL2009, POH2007, SED2004, WIN2005, ZGR2006, PIN2009/.

Beul kam in Untersuchungen an Kreuzzugproben aus verschiedenen Stahlsorten zu dem Ergebnis, dass unter seinen gewählten Versuchsparametern kein konkreter Zusammenhang zwischen Spannungsrisskorrosion und flüssigmetallinduzierter Rissbildung erkennbar ist /BEU1998/. Die von ihm gewählten Proben wurden unter Variation der Vorbehandlung (Vorwärmen, Beizen und Fluxen) in einer nicht näher spezifizierten Schmelze verzinkt und auf Risse überprüft. Lediglich bei einem Bruchteil der untersuchten Proben konnten Risse nachgewiesen werden, allerdings „ohne systematischen Zusammenhang mit den untersuchten Parametern“ /BEU1998/.

Vergleichbar zu den Versuchen von Nieth wurden in einem japanischen Forschungsprojekt Flachzugproben verschiedener Stähle unter 460°C an Luft mit konstanter Aufweitungsgeschwindigkeit geprüft und die Ergebnisse mit den unter gleichen Vorbedingungen in einer 460°C heißen Zinkschmelze durchgeführten Versuchen verglichen /KIK1980/. Dabei zeigte sich, dass die Bruchdehnung der in der Zinkschmelze geprüften Zugproben gegenüber der Bruchdehnung der an Luft geprüften Proben um mehr als die Hälfte reduziert ist. Der

versprödende Einfluss des Flüssigmetalls auf das Materialverhalten der Proben wird somit untermauert. Die exakten Stahleigenschaften und die Zusammensetzungen der Zinkschmelzen bleiben allerdings unbekannt /KIK1980, KIK1981/.

An der Ecole Centrale de Lille wurde in einem neueren Versuch ein für Forschungszwecke entwickeltes Verfahren angewendet /BAL2009/. Dabei werden Blechstreifen zunächst in einem Dreipunkt Biegeversuch unterschiedlich stark verformt und anschließend verzinkt. Die Auswertung erfolgt über die Aufsummierung der Gesamtlänge aller entstandenen Oberflächenrisse. Die Bewertung von Zinkschmelzen, Stählen und deren Neigung zu Verzinkungsrisen erfolgt hier rein qualitativ. Eine quantitative Auswertung ist nicht vorgesehen. In drei Zinkschmelzen (Reinzink, zinnlegiert und blei- und zinnlegiert) wurden in Abhängigkeit vom verwendeten Stahl und von der Durchbiegung der Blechstreifen die Gesamtlänge aller Risse ermittelt. Dabei ergaben sich unter Verwendung der hochlegierten Schmelze mit 0,7% Bleianteil und 0,9% Zinnanteil unabhängig vom Stahl bei geringen Blechdurchbiegungen verhältnismäßig hohe Werte für die Gesamtlänge der Risse. Das LMAR Risikopotenzial ist unter den genannten Voraussetzungen hoch. In der Studie wurde darüberhinaus der Einfluss einer Politur auf die Gesamtlänge der Risse untersucht. Es zeigte sich, dass bei den Versuchen mit der polierten Probe im Vergleich zur unpolierten Probe unter ansonsten gleichen Bedingungen tendenziell weniger und kürzere Risse zu finden sind. Ein Einfluss einer Wärmebehandlung konnte dagegen nicht festgestellt werden und hatte keinen Einfluss auf die Gesamtrisslänge. Über die Wirkungen von Eigenspannungen oder Randhärte-tiefen wurden keine Aussagen getroffen.

Einen anderen Ansatz verfolgt die RWTH Aachen mit Versuchen an der LNT (Long Notched Tension) Probe /FEL2007, FEL2008, PIN2009, IGF265ZBG/. Kennzeichnend für den verwendeten Probentyp ist die geometrische Anlehnung an die aus der Bruchmechanik bekannten CT (Compact Tension) Probe. Die LNT Probe wird unter Verwendung verschieden legierter Zinkschmelzen (niedrig und hoch, blei- und zinnlegiert) mit einer konstanten Aufweitungsgeschwindigkeit geprüft, wobei die Lasteinleitung über die außerhalb der Zinkschmelze liegenden Probenschenkel erfolgt (**Bild 2-16**).

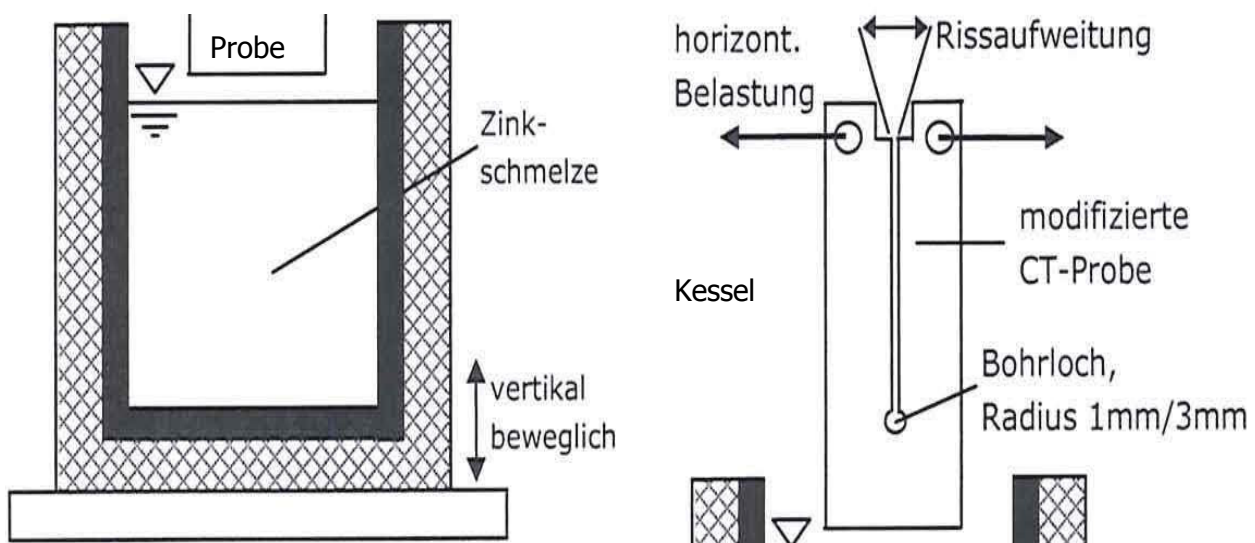


Bild 2-16: Versuchsanordnung der Untersuchungen mit der LNT Probe /PIN2009/

Mit der im Bild 2-16 gezeigten Versuchsanordnung werden die beim Verzinken auftretenden Wärmespannungen experimentell abgebildet, da davon ausgegangen wird, dass vor allem diese für das Auftreten von LMAC Schäden ursächlich sind. Ausgewertet werden bei den Versuchen die Verformungen im Kraftmaximum der Belastungskurve, aus denen eine maximal ertragbare Vergleichsdehnung berechnet wird. Die Ergebnisse der Studien zeigen vor allem bei Verwendung einer zinnlegierten Zinkschmelze eine erhöhte LMAC Rissanfälligkeit der Proben. Das Legierungselement Zinn wird hier als besonders kritisch eingestuft. Damit lassen sich Schäden an Teilen erklären, die durch Verwendung sogenannter neuerer Zinkschmelzen mit höheren Gehalten an Zinn, Blei und Wismuth, entstanden sind. In Verbindung mit diesen speziell für reaktive Stähle entwickelten Zinkschmelzen wird das oben beschriebene Anwachsen der intermetallischen Zink-Eisen Phase erheblich verringert /FRA2002/, das LMAC Risikopotenzial jedoch erhöht. Vor diesem Hintergrund wurden in Deutschland zahlreiche Stahlbauten, die in den Jahren 2000 bis 2006 in derartig legierten Zinkschmelzen verzinkt wurden, eingehender auf mögliche Anrissbildungen untersucht /FEL2009/. Während im Rahmen dieser Untersuchungen mit zunehmendem Zinngehalt eine höhere Anzahl von Rissanzeigen festgestellt wurden, war eine derartige Abhängigkeit für die Elemente Blei und Wismuth nicht erkennbar.

Mit der 2009 veröffentlichten DAST Richtlinie 022 /DASTri022/ wurde bereits eine technische Vorgabe zur Vermeidung der Rissbildung beim Feuerverzinken erstellt, die im Wesentlichen auf Untersuchungen eines AiF Forschungsprojekts /AIF14545N/ an der RWTH Aachen basiert. Im Rahmen dieser Untersuchungen wurde ein Berechnungskonzept entwickelt, mit dem das LMAC Gefährdungspotenzial zu verzinkender Bauteile in Abhängigkeit der eingesetzten Zinkschmelze abgeschätzt werden kann. Die Grundlagen des Berechnungskonzepts bilden die beim Verzinkungsvorgang durch Wärmespannungen im Bauteil hervorgerufenen plastischen Dehnungen, die durch langsame Zugversuche an den LNT Proben abgebildet werden. Die aus den Versuchen ermittelten maximal ertragbaren (kritischen) plastischen Dehnungen werden direkt auf real zu verzinkende Bauteile übertragen und bilden die Basis zur Quantifizierung der Beanspruchbarkeit des Stahls beim Feuerverzinken nach /DASTri022/.

Die während des Verzinkens im Bauteil auftretenden Beanspruchungen, die zur Bildung einer LMAC Schädigung führen können, sind hauptsächlich von der Bauteilgeometrie, den Eintauchbedingungen und dem Wärmeübergang abhängig. Dabei treten die meisten LMAC Schäden in einer instationären Phase (**Bild 2-17a**) der Erwärmung auf, die durch schnell ablaufende Spannungsänderungen im Randbereich der Probe infolge der hohen Temperaturunterschiede und dadurch bedingte Wärmedehnungen gekennzeichnet ist. Die Beanspruchungen in dieser Phase werden nach /ADE2010/ am besten im Zugversuch experimentell abgebildet. Die sich anschließende stationäre Phase (**Bild 2-17b**) zeichnet sich durch konstante Beanspruchungen aus, wie sie im Randbereich des Bauteils nach Erreichen des Temperatenausgleichs vorliegen. Um diese Verhältnisse abzubilden, erscheint der Zeitstandversuch als die geeignete Vorgehensweise /ADE2010/.

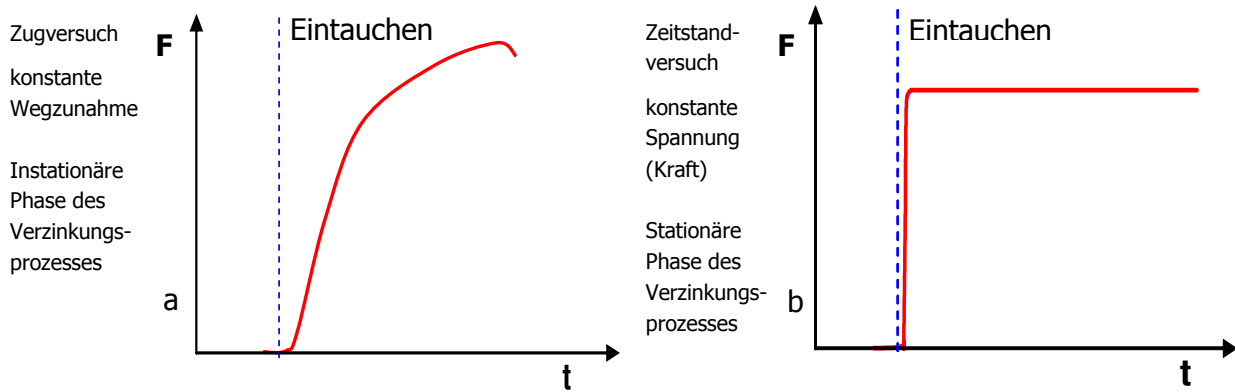


Bild 2-17: a) Instationäre und (b) stationäre Phase beim Verzinkungsvorgang /ADE2010/

2.7 Zusammenfassung Abschnitt 2

Die durch eine Korrosion verursachten wirtschaftlichen Schäden liegen für Industrie und Privatverbraucher jährlich im Milliardenbereich (rd. 3% des Bruttozialprodukts /DEC2012/), weswegen dem Korrosionsschutz und insbesondere der Feuerverzinkung daher eine große Bedeutung beigemessen wird. Bei der Feuerverzinkung werden im Normaltemperaturverfahren Bauteile in einer 440°C bis 460°C heißen Zinkschmelze im Schmelztauchverfahren mit einem korrosionshemmenden Überzug versehen. Der Zinkschmelze sind hauptsächlich die für die Qualität und Anforderung der Zinkschicht erforderlichen chemischen Elemente Blei, Zinn und Wismuth zulegiert, deren Gehalte etwa ab dem Jahr 2000 signifikant erhöht wurden, um neuere reaktive Stähle mit höheren Silizium- und Phosphorgehalten qualitativ hochwertig verzinken zu können. Durch die Zugabe der genannten Elemente wird die Oberflächenspannung der Zinkschmelze reduziert, wodurch sich beim Verzinken gleichmäßigere und dünnere Schichten ausbilden. Damit einhergehend wurden gehäuft Schäden (Verzinkungsrisse) an Bauteilen festgestellt, die in direktem Zusammenhang mit der Feuerverzinkung zu sehen sind. Da in nahezu allen Schadensfällen Werkstoffanomalien ausgeschlossen werden können und mechanisch-technologische Erklärungen nicht in Frage kommen, müssen die Ursachen im Verzinkungsvorgang zu suchen sein. Untersuchungen haben dabei Hinweise auf eine Spannungsrissskorrosion ergeben, die gekennzeichnet ist von einer durch Flüssigmetall induzierten interkristallinen Schädigung des Gefüges. Im englischsprachigen Raum finden sich daher auch die Bezeichnungen LME (Liquid Metal Embrittlement) und LMAC (Liquid Metal Assisted Cracking). Die Untersuchungen zeigen darüberhinaus einen direkten Zusammenhang von Risshäufigkeit mit erhöhten Gehalten an Legierungselementen (Zinn, Blei, Wismuth) in den Zinkschmelzen. Zusätzlich wurden zunehmend größere und komplexere Bauteile verzinkt, deren Handhabung sich für die Verzinkung ungünstig erwies. Bei massivem Verzinkungsgut kommt es aufgrund von sich abwechselnden Druck/-Zugwechselwirkungen zu plastischen Verformungen im Material mit einer resultierenden Zugspannung, die in Verbindung mit der heißen Zinkschmelze den Riss auslösen kann. Solche in der Vergangenheit auch als Lotbruch bezeichnete Schäden sind zwar seit Jahrzehnten bekannt, wurden jedoch in den bisherigen Untersuchungen nur unsystematisch analysiert.

Nach bisherigem Kenntnisstand ist Folgendes festzuhalten:

1. Als rissauslösend gilt das Zusammenwirken von mechanischen Beanspruchungen (Zugspannungen) und flüssiger Zinkschmelze.
2. Vom Schadensbild sind alle Baustähle betroffen, wobei das Risiko zur Rissbildung mit zunehmender Festigkeit des Werkstoffs steigt.
3. Eine partielle Kaltumformung (Eigenspannungen) begünstigt das Auftreten einer LMAC Schädigung.
4. Die Legierungselemente Blei, Zinn und Wismuth haben einen zum Teil erheblichen Einfluss auf das Ausmaß und die Form der Schädigungen.
5. Die Rissbildung erfolgt ausschließlich als interkristalliner Spaltbruch (d.h. Rissausbreitung ist entlang den Korngrenzen).

Der genaue qualitative und quantitative Einfluss der einzelnen Faktoren und deren Zusammenspiel auf eine LMAC Rissbildung sind weiterhin ungeklärt. Bekannt ist lediglich, dass eine ungünstige Kombination aus Werkstoff(zustand), Zinkschmelze und Beanspruchung zu einer erhöhten LMAC Rissanfälligkeit führt. Über den relativen Anteil der drei Einflussgrößen zu dem Gesamtrisiko besteht allerdings weiterhin Unklarheit. Mittlerweile wurden zwar verschiedene den Verzinkungsprozess betreffende Einflussfaktoren herausgearbeitet, die abschließende Bewertung der die Schädigungen auslösenden Parameter ist weiterhin ungenügend. Darüberhinaus ist der Schädigungsprozess auf atomarer Ebene nicht bis ins Detail geklärt. Dazu existieren unterschiedliche Ansätze und Erklärungen, unter denen die Theorie des diffusionsgesteuerten Mechanismus derzeit als gültig betrachtet wird. Auch hier steht die wissenschaftliche Begründung der atomaren Mechanismen noch aus.

3 Zielsetzung und Versuchstechnik

3.1 Zielsetzung

Die Feuerverzinkung ist als Mittel der Wahl zum Korrosionsschutz von Bauteilen, Stahlträgern und Kleinteilen allgegenwärtig, wobei der Zinkschmelze bestimmte Legierungselemente wie Blei, Zinn und Wismuth zugegeben werden, die für gleichmäßige und optisch schöne Verzinkungsergebnisse unerlässlich sind. Der Anteil der Legierungselemente an der Zinkschmelze wurde im Laufe der Zeit und insbesondere ab dem Jahr 2000 deutlich erhöht. In der Folge kam es zu mehr oder weniger gravierenden Verzinkungsfehlern, die unter anderem auf die erhöhten Anteile der Legierungselemente zurückzuführen sind. Gleichzeitig wurden die zu verzinkenden Bauteile massiver und größer, was zu thermisch bedingten Spannungen beim Eintauchen in die 450°C heiße Schmelze führt. Wissenschaftlich konnte schon in den 50er Jahren nachgewiesen werden, dass das Zink „sehr schnell eine zerstörerische Wirkung auf Stahl auszuüben vermag“ /RÄD1953/. Spätere Untersuchungen belegen den schädigenden Einfluss von Zink unter Einwirkungen von makroskopischen Zugbeanspruchungen während des Verzinkungsvorgangs. Eine Erklärung der dabei vorherrschenden atomaren Mechanismen steht bis heute aus. Aufgrund des bisherigen Kenntnisstandes kann mittlerweile festgehalten werden, dass eine ungünstige Kombination aus Werkstoff(zustand), Beanspruchung und einwirkende Zinkschmelze zu einer erhöhten Rissanfälligkeit des Bauteils führt. Aufgrund der aus den unterschiedlichen Fragestellungen sich ergebenden unterschiedlichen Anforderungen beim Feuerverzinken (Kleinteile, Großteile, Verzinkung für Offshorebauteile bzw. Verzinkung für Hausbau) sind die Verzinkungsparameter jeweils individuell abzustimmen. Die drei genannten Einflussgrößen sind daher für die jeweilige Verzinkungssituation unterschiedlich zu bewerten, wobei der relative Anteil der Einflussgrößen und deren Zusammenspiel an der Gesamtschädigung bis heute unbekannt ist.

Kernpunkt der hier vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung eines Prüfverfahrens, mit dem die Auswirkungen der oben genannten Einflussgrößen isoliert und in Kombination miteinander untersucht und hinsichtlich ihres Gefährdungspotenzials bewertet werden können. Ziel ist es, eine qualitative Aussage zu den einzelnen Einflussgrößen bzgl. ihres Anteils an der Gesamtgefährdung zu erarbeiten, wobei ein besonderer Schwerpunkt auf die Zusammensetzungen der Zinkschmelzen gelegt werden soll. Darüberhinaus soll die Arbeit die Grundlage bilden für weiterführende Untersuchungen zur quantitativen Bewertung der im **Bild 3-1** dargestellten Einflussgrößen „Werkstoff(zustand) – Beanspruchung – Zinkschmelze“ auf den LMAC Schadensmechanismus. In der DAST Richtlinie 022 ist basierend auf den Ergebnissen an Laborproben ein Berechnungskonzept entwickelt worden, um die beim Verzinken entstehenden Dehnungen rechnerisch zu quantifizieren und zu bewerten. Dabei wird die Beanspruchung des Bauteils zur (maximal zulässigen) Beanspruchbarkeit ins Verhältnis gesetzt, wobei verschiedene Parameter wie z.B. die Zusammensetzungen der Zinkschmelzen, Bauteilabmessungen, Verweildauer in der Zinkschmelze u.a. berücksichtigt werden. Der Nachweis über die allgemeine Gültigkeit der DAST Richtlinie 022 steht noch aus. Die eigenen Untersuchungsergebnisse der vorliegenden Arbeit sollen daher in die aktuell gültige DAST Richtlinie 022 eingeordnet werden, wobei eine besondere Bedeutung der Verwendung

vorverformter (eigenspannungsbehafteter) Proben zuteil kommt, deren Beanspruchbarkeit beim Verzinken signifikant reduziert ist.

Ein weiterer Schwerpunkt der Arbeit liegt in der Betrachtung von Messungenauigkeiten. Dabei sollen unter anderem verschiedene die Messungen beeinflussende Parameter wie Tiegefüllstand, Verzinkungstemperatur und Fehler bei der Probenvermessung gesondert untersucht und ihre Bedeutung für die Gesamtergebnisse bewertet werden.

3.2 Beschreibung der eingesetzten Versuchstechnik

Aus dem in Abschnitt 2 aufgezeigten Forschungsbedarf ergibt sich die Frage nach dem quantitativen und qualitativen Anteil der Einflussgrößen Werkstoff, Beanspruchung und Zinkschmelze. Alle in der Praxis dokumentierten Schäden resultieren aus einer mehr oder weniger starken Überlappung der drei aufgezeigten Bereiche. Ob und unter welchen Umständen eine Kombination aus zwei Einflussgrößen zu einer LMAC Schädigung führen kann, ist unbekannt.

Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit bildet daher die Untersuchung des isolierten und kombinierten Zusammenspiels von Werkstoff, Beanspruchung und Zinkschmelze an einer LMAC Rissbildung (Bild 3-1).

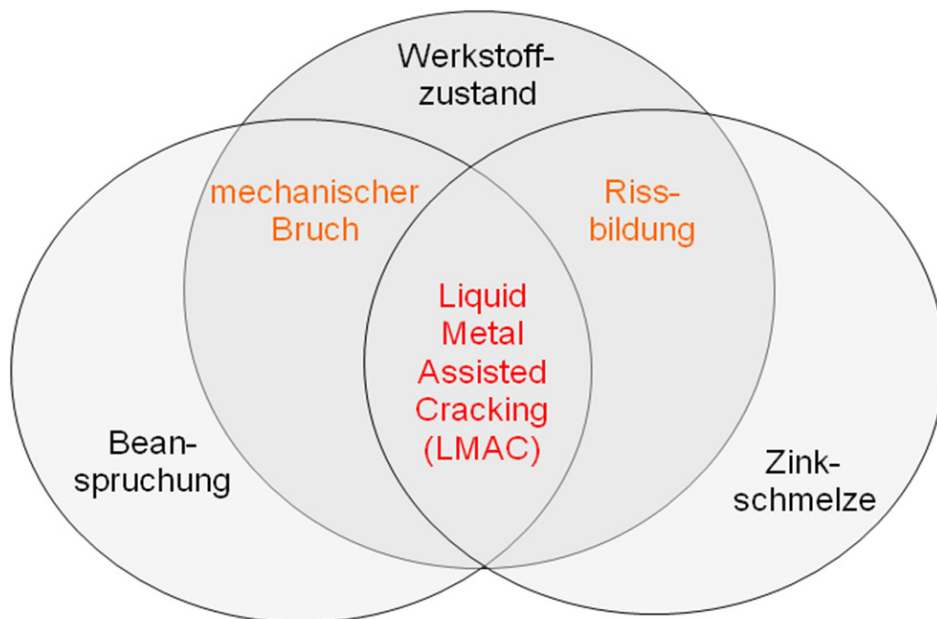


Bild 3-1: Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung (Liquid Metal Assisted Cracking - LMAC)

Zur *isolierten* Betrachtung der Einflussgrößen Werkstoffzustand und Zinkschmelze wurden aus bestehendem Probenmaterial Flachproben herausgearbeitet und in unterschiedlichen Bearbeitungszuständen in unterschiedlich legierten Zinkschmelzen lastfrei getaucht. Die sich anschließende metallografische Auswertung erfolgte rein qualitativ über die Anzahl und Beschaffenheit der entstandenen Risse.

Im Fall einer *kombinierten* kritischen Überlagerung der im Bild 3-1 genannten Bereiche sind, wie bereits in Abschnitt 2 geschildert, in der Praxis gehäuft Schäden an verzinkten Bauteilen und Trägern festzustellen. Eine hierfür zu entwickelnde Prüftechnik sollte daher praxisnah und

geeignet sein, um die beim Feuerverzinken im zu verzinkenden Bauteil auftretenden Beanspruchungen abzubilden. Folgende Forderungen leiten sich daraus ab:

- Einfache Handhabung und robuster Versuchsaufbau,
- geringer zeitlicher und materieller Prüfaufwand,
- gute Reproduzierbarkeit der Ergebnisse,
- sichere Indikation für das Auftreten einer LMAC Schädigung,
- einfache und schnelle Aussage in Bezug auf das LMAC Risiko,
- flexible Versuchsführung.

Für das Prüfverfahren wurden verschiedene Werkstoffe, Werkstoffzustände und Probenformen gewählt, die in unterschiedlich legierten Zinkschmelzen verzinkt wurden. Während des Verzinkungsprozesses wurden die Proben einer beim Feuerverzinken nahe kommenden Beanspruchungssituation ausgesetzt. Die Darstellung der Prüfvorrichtung, der Proben und der Beanspruchungszustände finden sich detailliert in den nachfolgenden Abschnitten.

3.3 Untersuchte Einflussgrößen

3.3.1 Werkstoffe und Werkstoffzustände

Die in der Arbeit zum Einsatz kommenden Stahlsorten decken in Bezug auf Festigkeit und Gefüge einen großen Bereich der betrieblichen Praxis ab. Es wurden Proben aus 6mm Blechen der Stähle S355 J2 und 42CrMo4 gefertigt, wobei der letztgenannte Stahl in einem unvergüteten (normalisierten) Zustand und in zwei unterschiedlichen Vergütungsstufen vorlag. Zusätzlich kamen Proben aus 10mm Blechen der Stähle S355 J2, P460 und S690 Q zum Einsatz. **Tabelle 3-1** zeigt die in der Arbeit verwendeten Werkstoffe in der Übersicht mit den jeweiligen mechanisch-technologischen Kennwerten. Die Kennwerte beruhen auf mittleren Angaben aus jeweils rund 3 Einzelauswertungen, wobei die Charakterisierung der 10mm Bleche im Rahmen des Gemeinschaftsprojekts IGF265ZBG von der Ruhruniversität Bochum durchgeführt wurden /IGF265ZBG/. Die Charakterisierung der 6mm Bleche erfolgte am Institut für Werkstoffkunde (IfW) der TU Darmstadt.

Wie in Abschnitt 2 beschrieben, wird das Verzinkungsgut vor dem Verzinkungsprozess einer Vorbehandlung unterzogen, die zwecks einer gleichmäßigen und auf dem Grundwerkstoff dauerhaftenden Zinkschichtausbildung unerlässlich ist. Im Folgenden ist die Vorbehandlung speziell für die hier in der Arbeit verwendeten Proben detailliert dargestellt.

Die 6mm Proben wurden zunächst mit einem alkalischen Reiniger von Öl und Fetten befreit und anschließend für rund 15min in einer verdünnten Salzsäure gebeizt. Der Salzsäure wurde pro Liter Säure etwa 10ml des Inhibitors PM Lutter® hinzugefügt. Der kurzen Wasserspülung folgte die Flussmittelbehandlung für rund 10min. Die Proben wurden anschließend ohne weitere Wasserspülung bei 80°C zum Trocknen in einen dafür vorgeheizten Ofen für mind. 2,5h bis Versuchsbeginn frei hängend ausgelagert.

Um eine noch gleichmäßigere Oberfläche zu erzielen, wurden die später verwendeten 10mm Proben mit der Oberflächengüte SA 1,5 nach /DIN EN 10049/ sandgestrahlt und anschließend in

inhibierter Salzsäure gebeizt. Die weiteren Schritte erfolgten analog zu der oben beschriebenen Verfahrensweise. Eine detaillierte Übersicht über die Prozessreihenfolge der verwendeten Proben gibt **Tabelle 3-2** an.

Tabelle 3-1: Mech. -techn. Kennwerte der in der Arbeit verwendeten Werkstoffe

Werkstoff	S355 J2 ¹⁾	42CrMo4 ²⁾		
		unvergütet / normalisiert	gehärtet und angelassen bei 550°C	gehärtet und angelassen bei 650°C
Blechdicke in mm	6	6	6	6
R _{p0,2} in MPa bei RT	405	433	1048	777
R _m in MPa bei RT	507	704	1130	870
A in % bei RT	34,5	24,5	11,5	18,3

Tabelle 3-1: Mech. -techn. Kennwerte der in der Arbeit verwendeten Werkstoffe (Forts.)

Werkstoff	S355 J2 ^{1,3)}	P460 ³⁾	S690 Q ³⁾
Blechdicke in mm	10	10	10
R _{p0,2} in MPa bei RT	430	623	850
R _m in MPa bei RT	576	670	845
A in % bei RT	20	17	21

R_{p0,2} = 0,2 Dehngrenze

R_m = Zugfestigkeit

A = Bruchdehnung

¹⁾ Die beiden Werkstoffe stammen aus unterschiedlichen Chargen.

²⁾ Mit dem Werkstoff 42CrMo4 wurden ausschließlich Tastversuche durchgeführt.

³⁾ Die Charakterisierung erfolgte im Rahmen des Gemeinschaftsprojekts /IGF265ZBG/.

Tabelle 3-2: Prozessreihenfolge bei der Probenvorbereitung

Schritt	Parameter 6mm Proben	Parameter 10mm Proben	Bemerkung
1 Vorbehandlung	alkalischer Reiniger „Roth RBS solid PF“ Ultraschallbad, ca. 15min bei 60°C (nur bei Bedarf)	Sandstrahlen nach DIN EN 10046 mit SA 1,5	Keine
2 Beizen	12% Salzsäure + 5g/l Fe (als Eisen-III-Chlorid), Inhibitor PM Lutter® 10ml/l für, 10 bis 15min		ohne Benetzungsmittel, Gebrauch bis ca. 80g/l Fe
3 Spülen	Leitungswasser (fließend)		Zwischentrocknung
4 Fluxen	Ammoniumchlorid-Zinkchlorid (40:60), 450g/l 5 bis 10min bei Raumtemperatur		Trocknung für 2,5h im Umluftofen bei 80°C

3.3.2 Beanspruchungszustände

Für die kombinierte Untersuchung der in Bild 3-1 gezeigten Einflussgrößen „Werkstoff-Beanspruchung-Zinkschmelze“ sind U-förmige Laborproben unterschiedlicher Kербgeometrien aus den oben beschriebenen Werkstoffen verwendet worden. Die Herstellung der Proben erfolgte durch Wasserstrahlschneiden, das vor allem den Vorteil bietet, dass im Gegensatz zu einer spanenden Fertigung keine Druck-Schub-Verformung der Randschicht (Verfestigung, Eigenspannungen) stattfindet. Mit einer Reduzierung der Schnittgeschwindigkeit (Präzisionsschnitt) im maßgeblichen Kербbereich wird eine ausreichende Orthogonalität der Schnittkanten erreicht. Auch die Mikrogeometrie der Oberfläche ist als ausreichend anzusehen (**Bild 3-2**). Somit sind Einflüsse durch Mikrokerbwirkung ausgeschlossen. Insbesondere war die Bearbeitungsqualität der in mehreren Fertigungslosen gefertigten Proben insgesamt sehr gleichmäßig, sodass ein Fertigungseinfluss auf das Prüfergebn auszuschließen ist.

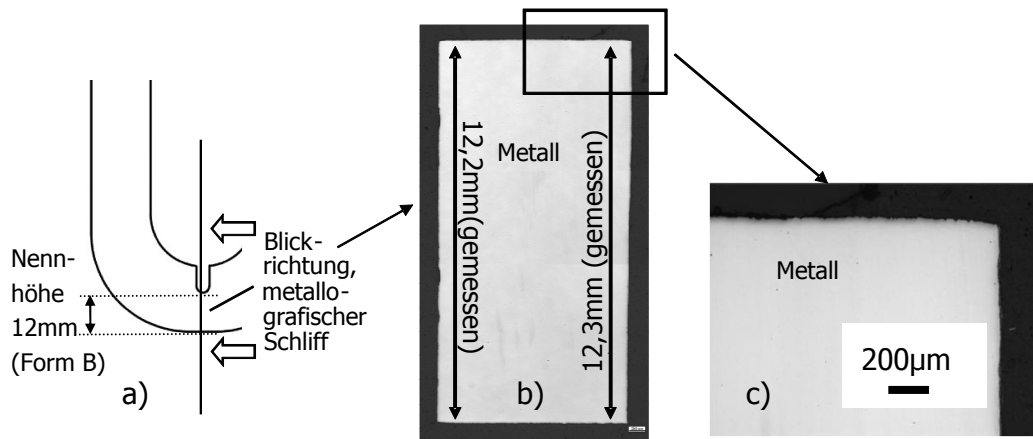


Bild 3-2: Zur Kantengenauigkeit: a) Blickrichtung, b) Schliffbild, c) Detailaufnahme aus b

Die mittels Wasserstrahlschneidens hergestellte Kербgeometrie (im Folgenden „Probenform“ oder „Form“ genannt) repräsentiert jeweils eine bestimmte geometrische Begebenheit am Bauteil, an der in der Praxis eine LMAC Schädigung auftreten kann. Der wesentliche Unterschied besteht hierbei zwischen der ungekerbten (glatten) Form A und den gekerbten Probenformen B und D.

Bild 3-3 zeigt schematisch die Probenformen im Vergleich zu der in /FEL2007, FEL2008, DASTri022/ verwendeten LNT Probe in der Übersicht.

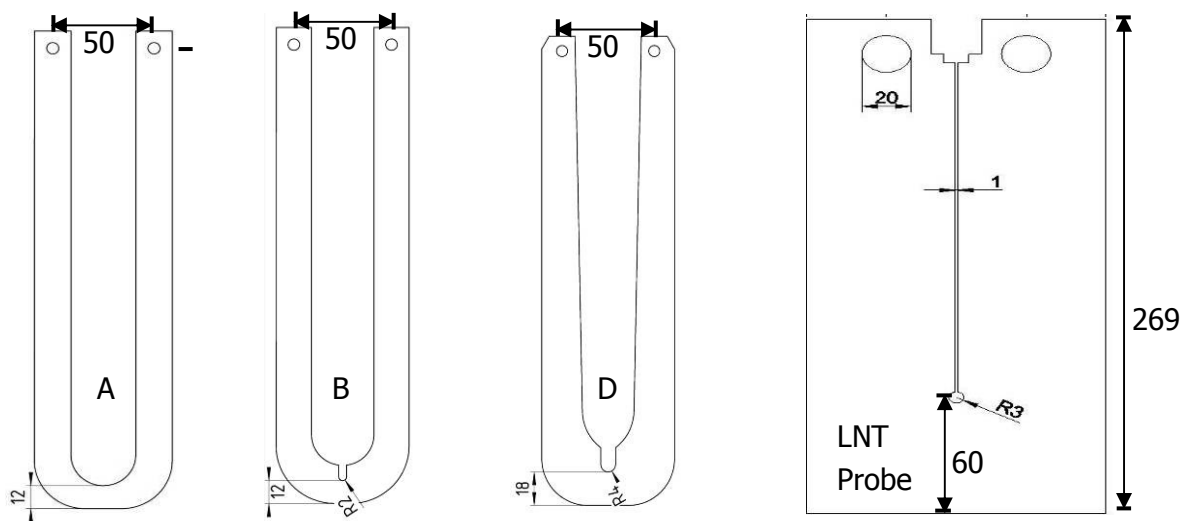


Bild 3-3: Übersicht der drei verwendeten Probenformen im Vergleich zur LNT Probe

Da die LMAC Schäden immer von der Oberfläche eines Bauteils ausgehen, ist der Randbereich in der Kerbe der Probe für die Untersuchungen wesentlich. Kennzeichnend für die aus der Probenform B weiterentwickelte Form D ist die geometrische Vergleichbarkeit zur LNT Probe bei kleinen Randabständen vom Kerbgrund bis rund 2mm Ligamenttiefe. In diesem Bereich liegt ein auf die maximale Kerbspannung bezogener, annähernd ähnlicher Axialspannungsverlauf vor, der grundsätzlich einen Vergleich der mit den Probenformen D und LNT erzielten Ergebnisse erlaubt (**Bild 3-4**) /IGF265ZBG/. Der Vorteil der Probenformen B und D zur LNT Probe ist in der Möglichkeit begründet, die Probenschenkel auf Kontakt zusammenzubiegen und somit über eine Kaltverformung definierte Zugspannungen im Kerbbereich zu erzeugen (siehe Abschnitt 6.4). Eine Übersicht der Probenabmessungen im Vergleich zu der hier nicht untersuchten LNT Probe findet sich in der **Tabelle 3-3**.

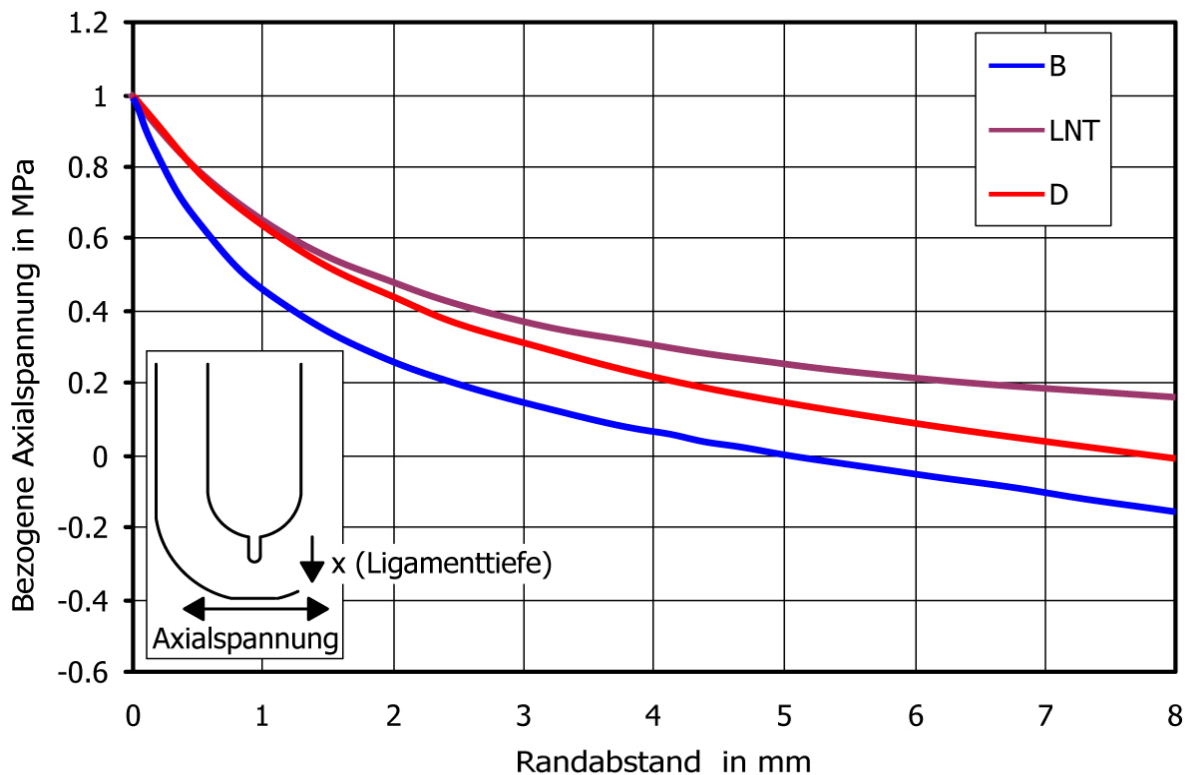


Bild 3-4: Auf die jeweilige maximale Kerbspannung bezogene Axialspannung in Abhängigkeit der Ligamenttiefe (Randabstand) der verwendeten Probenformen B und D im Vergleich zur LNT Probe /IGF265ZBG/

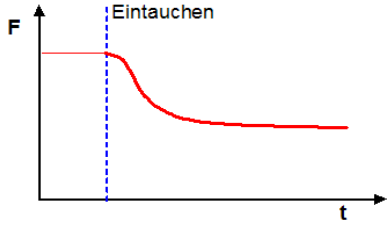
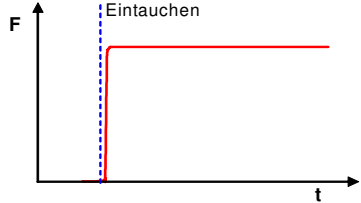
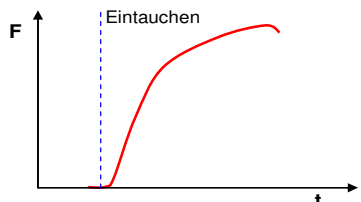
Tabelle 3-3: Abmessungen der verwendeten Probenformen im Vergleich

	Einheit	Form A	Form B	Form D	LNT
Hebelarm	mm	235	235	235	220
Ligamenttiefe	mm	12	12	18	60
Kerbradius	mm	---	2	4	3
Kerbtiefe	mm	---	6	9	190
Formzahl	---	1,2	2,1	1,8	3,8
Bezogener Spannungsgradient	1/mm	0,20	0,99	0,49	0,48

Wie in Tabelle 3-3 dargestellt, hat die Form B im Vergleich zur Form D das kleinere Ligament aber jedoch die größere Formzahl und somit die größere Beanspruchung bei einer vorgegebenen Nennspannung. Allerdings fällt die Axialspannung mit zunehmender Ligamenttiefe relativ schnell ab und die auf die maximale Kerbspannung bezogene (relative) Axialspannung verläuft unterhalb der der Probenform D.

Die beschriebenen Probenformen dienen der kombinierten Untersuchung der im Bild 3-1 dargestellten Einflussgrößen auf eine LMAC Rissbildung. Um die unterschiedlichen Beanspruchungszustände zu realisieren, ist die in Abschnitt 5 dargestellte Belastungsvorrichtung mit einer Regelelektronik ausgestattet. Nahezu beliebige Kraft-Zeit-Verläufe können damit eingestellt werden. Um die Belastungen abzubilden, die ein Bauteil während des Verzinkungsvorgangs erfährt, kommen unterschiedliche Versuchsarten in Frage, die mit den jeweiligen Vor- und Nachteilen als Überblick in der **Tabelle 3-4** beschrieben sind.

Tabelle 3-4: Merkmale der einzelnen Versuchsarten

Versuchsart	Kraft-Zeit-Verlauf	Vorteile	Nachteile
Relaxationsversuch Konstante Aufweitung Modell „Eigenspannungen“		<ul style="list-style-type: none"> keine Regelung erforderlich 	<ul style="list-style-type: none"> Lastspitze beim Tauchen Schneller Rückgang der Belastung (Fließen) Schlechte Indikation (Rissbildung und Fließen kaum zu trennen)
Zeitstandversuch Konstante Spannung (konstante Kraft) Modell „Lastspannungen“ Stationäre Phase des Verzinkungsprozesses	 <p>Parameter: Nennspannung Ergebnis: Tauchdauer bis Versagen</p>	<ul style="list-style-type: none"> Definierter Nullpunkt für die Wegmessung Keine Lastspitze beim Tauchen Gute Indikation (Zunahme der Weggeschwindigkeit) Trennung der Einflussgrößen Zeit und Belastung 	<ul style="list-style-type: none"> Regelung erforderlich
Zugversuch Konstante Wegzunahme Modell „Wärmespannungen“ Stationäre Phase des Verzinkungsprozesses	 <p>Parameter: Traversengeschwindigkeit ($v_T = 0,05\text{mm/sec}$, $v_T = 1,00\text{mm/sec}$) Ergebnis: Nennspannung und Aufweitung bis Versagen</p>	<ul style="list-style-type: none"> Sehr hohe Belastung Gute und schnelle Indikation (Rückgang der Kraft) Einfache Wegsteuerung größere Praxisnähe 	<ul style="list-style-type: none"> Keine Trennung der Einflussfaktoren Zeit und Belastung

Der *Relaxationsversuch* bildet den Fall ab, bei dem das Bauteil schon vor dem Eintauchen in die Schmelze unter hohen Eigenspannungen steht. Der Fall tritt besonders bei Bauteilen größerer Abmessungen auf, bei denen die Aufhängung an wenigen Stellen erfolgt und bedingt durch das Eigengewicht des Bauteils innere Spannungen entstehen, die in der Schmelze aufgrund des Temperatureinflusses kontinuierlich abgebaut werden. Vor allem bei massiven Bauteilen kommt es infolge der Temperatureinwirkung beim Eintauchen in die Zinkschmelze aufgrund unterschiedlicher Ausdehnungsraten von Rand und Kern zu sich abwechselnden Zug-Druck Wechselwirkungen im Randbereich.

Der *Zeitstandversuch* simuliert daher die nach erfolgter Durchwärmung und Spannungumlagerung konstant hohe Spannung im Randbereich eines in der Schmelze verweilenden Bauteils und entspricht damit dem Beanspruchungszustand in der stationären Phase des Verzinkungsprozesses /ADE2010/.

Der *Zugversuch* entspricht dagegen dem Fall, bei dem ein Bauteil vor dem Eintauchen in die Schmelze zwar spannungsfrei ist, beim Eintauchen in die Schmelze jedoch aufgrund von Wärmedehnungen hohe Spannungen erfährt (instationäre Phase /ADE2010/). Bedingt durch den hohen Temperaturgradienten werden im real zu verzinkenden Bauteil schnell hohe Belastungen erreicht, wobei die Bildung eines Anrisses dann zu einer Entlastung führt.

3.3.3 Zinkschmelzen

Entsprechend Bild 3-1 wurde der Einfluss der relevanten Legierungselemente Blei, Zinn und Wismuth systematisch nach der in **Tabelle 3-5** dargestellten Matrix untersucht. Die für die nachfolgenden Untersuchungen wichtigsten Schmelzen sind grau hinterlegt. Ausgehend jeweils von Reinzink (S0) wurden die einzelnen Schmelzen gezielt aufgelegt, wobei für jede Basisschmelze ein eigener Tiegel mit einem Fassungsvermögen von jeweils rund 50kg verwendet wurde (siehe Abschnitt 5). Dadurch war zum einen die Musterrückstellung von untersuchten Zinkschmelzen möglich und zum anderen wurde eine Kontamination der Schmelzen durch Verunreinigungen der Tiegel bei einer Mehrfachnutzung verhindert. In der Praxis kamen in der Vergangenheit eine Vielzahl von unterschiedlich legierten Zinkschmelzen zum Einsatz, deren Zusammensetzungen sich an den in der Tabelle 3-5 beschriebenen Schmelzen richtet. Für die in der Arbeit durchgeführten Untersuchungen sind insbesondere die Schmelzen S0, S1d und S9a von Interesse, die aufgrund ihrer Zusammensetzungen für die Klärung wesentlicher den Verzinkungsprozess betreffende Fragen herangezogen werden. Zusätzlich wurde eine Salzschmelze (d.h. ohne Zink mit der Bezeichnung SN), bestehend aus Alkalinitrat und Alkalinitrit verwendet, um die Versuche zum Vergleich auch in einer neutralen Umgebung durchzuführen und den Wärmeeinfluss beim Verzinken isoliert zu betrachten.

Tabelle 3-5: Zusammensetzungen der verwendeten Zinkschmelzen in % (Istwerte)

Schmelze	Pb	Sn	Bi
0 (Reinzink)	---	---	---
1a	0,10	---	---
1b	0,31	---	---
1c	0,67	---	---
1d	0,81	---	---
2a	---	0,10	---
2b	---	0,29	---
2c	---	0,59	---
2d	---	0,98	---
3a	---	---	0,06
3b	---	---	0,11
3c	---	---	0,20
4a	0,93	0,07	---
4b	0,94	0,16	---
4c	0,98	0,31	---
4d	0,95	0,45	---

Schmelze	Pb	Sn	Bi
5a	0,58	0,05	---
5b	0,57	0,10	0,11
5c	0,61	0,27	0,10
5d	0,54	0,42	0,11
6a	0,29	0,10	---
6b	0,30	0,10	0,11
6c	0,32	0,28	0,12
6d	0,31	0,56	0,11
6e	0,32	0,92	0,10
6f	0,32	1,25	0,10
8n	0,80	0,31	0,09
9a	1,00	1,01	---
SN (ohne Zink)	---	---	---

4 Zum Einsatz kommende Untersuchungsmethoden

4.1 Charakterisierung der Werkstoffe

Die Charakterisierung der Werkstoffe erfolgte jeweils am metallografischen Flachschliff. Untersucht wurden die Härte, der Reinheitsgrad hinsichtlich der nichtmetallischen Einschlüsse, die Korngröße und die Gefügeausbildung. Darüberhinaus wurde die chemische Zusammensetzung analysiert. Die **Bilder 10-1 bis 10-10** (Anhang) zeigen die jeweiligen Gefügeausbildungen beispielhaft in der Übersicht und im Detail.

Um die Korngröße zu bestimmen und die Gefügeausbildung zu charakterisieren, wurden die Schliffe mit verdünnter Salpetersäure (3%) angeätzt. Eine Auswertung bzgl. des Reinheitsgrads nach /DIN 50602/, Verfahren M, der Korngröße nach /DIN EN ISO 643/, der Gefügeausbildung und der Härteprüfung nach /DIN EN ISO 6507-1/ zeigt **Tabelle 4-1**, die mittels Funkenemissionsspektroskopie (FES) ermittelten chemischen Zusammensetzungen sind im Anhang in der **Tabelle 10-1** wiedergegeben. Zum Verständnis der FES Methode sei an der Stelle auf die entsprechende Literatur und Norm verwiesen /STA2009/ und /DIN51008-1/. Alle verwendeten Werkstoffe liegen hinsichtlich der chemischen Zusammensetzung innerhalb der zulässigen Grenzen /DIN EN 10269/, /DIN EN 10083-3/, /DIN EN 10025-6/, /DIN EN 10250-1/, /DIN EN 10250-2/ und /DIN EN 10028-6/. Die Charakterisierung hinsichtlich Gefügeausbildung, Reinheitsgrad und Härte ist für alle Werkstoffe unauffällig und entspricht dem üblichen Stand der Technik. Alle Werkstoffe weisen kleine Korngrößen auf, die über alle Werkstoffe in einem engen Streuband von $G = 8,5$ bis $G = 10$ liegen.

Tabelle 4-1: Gefügeart, Härte, Korngröße und Reinheitsgrad der verwendeten Werkstoffe

Werkstoff		Gefügeausbildung	Vickershärte HV 0,3	Korngröße DIN EN ISO 643	Reinheitsgrad (DIN 50602, Verfahren M)
S355 J2, 6mm		ferritisch-perlitisch	166 ± 11	10	OG 9,3
42CrMo4	normalisiert	ferritisch-perlitisch	154 ± 14	10	OG 9,3
	angelassen bei 550°C	Vergütungsgefüge	357 ± 18	9	OG 9,4
	angelassen bei 650°C	Vergütungsgefüge	262 ± 14	9	OG 9,3
S355 J2, 10mm		ferritisch-perlitisch	154 ± 14	8,5	OG 9,2
P460		ferritisch-perlitisch	273 ± 11	10	OG 9,7
S690 Q		Vergütungsgefüge	209 ± 11	10	OG 9,1

Der Werkstoff 42CrMo4 kam ausschließlich in Tastversuchen zum Einsatz. Die mit diesem Werkstoff erzielten Ergebnisse werden im Abschnitt 6 nicht ausführlich dargestellt und nur ergänzend diskutiert.

4.2 Chemische Analyse der Zinkschmelzen

Die Analyse der Zinkschmelzen erfolgte mittels Optischer Emissions-Spektral Analyse mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES). Details hierzu siehe /STA2009/ und /DIN EN 10351:2011/. Die Messeinrichtung wurde vor der Analyse mit entsprechenden Referenzmaterialien kalibriert. Da die Methode Proben in flüssiger bzw. wässriger Form erfordert, erfolgt vor der Bestimmung der Aufschluss des vorher der Zinkschmelze entnommenen Materials. Die in wässriger Lösung vorliegende Probe wird mittels eines Plasmas (hier Argon Gas) ionisiert, wobei in der Folge elementspezifische elektromagnetische Strahlung emittiert wird. Die detektierte Strahlung wird über die vorher ermittelten Referenzdaten analysiert und ausgewertet. Die im Ergebnis angegebenen Mengen der Legierungsbestandteile sind relativ.

Die in Tabelle 3-5 angegebenen Gehalte resultieren mit den angegebenen Messunsicherheiten aus einer Doppelbestimmung aus jeweils zwei Aufschlüssen.

4.3 Lichtmikroskopie (einschließlich Probenpräparation)

Zur Untersuchung des Einflusses der Zinkschmelzen ohne eine äußere Beanspruchung wurden Flachproben gefertigt und nach der Verzinkung auf Risse hin untersucht. Die metallografischen Untersuchungen an den rund 100mm langen und 12mm breiten Proben wurden gemäß **Bild 4-1** an der eingezeichneten Schliffebene mittels Lichtmikroskopen (max. Vergrößerung ≈ 1000 -fach) durchgeführt. An den im weiteren Verlauf untersuchten Vierpunkt Biegeproben (siehe auch Abschnitt 5) wurden im Bereich des kleinsten Biegeradius' Querschliffe angefertigt. Die geometrischen Abmessungen der Vierpunkt Biegeproben sind identisch zu den der Flachproben.

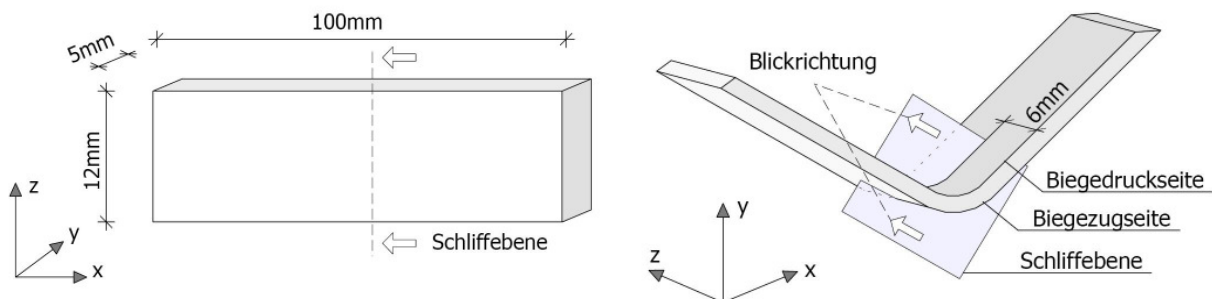


Bild 4-1: links: Schliffentnahme an der Flachprobe
rechts: Schliffentnahme an der Vierpunkt Biegeprobe

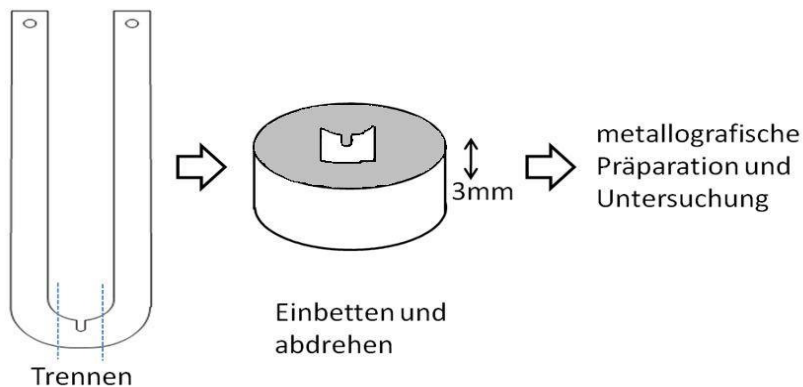


Bild 4-2: Schliffentnahme an der U - Probe der Form B mit einer Blechdicke von 6mm

Für die lichtmikroskopischen Untersuchungen an den U-Proben wurden die Proben zunächst getrennt und mit Blickrichtung auf die jeweilige zu untersuchende Seite eingebettet (Flachschliff). Anschließend wurde der Schliff so weit abgetragen, dass die Blickebene mittig zur Probenbreite liegt. Bei der Probenform B (Blechdicke 6mm) liegt die Betrachtungsebene in 3mm Tiefe (**Bild 4-2**). Danach wurden die Proben metallografisch präpariert und untersucht.

4.4 Rasterelektronenmikroskopie

Für Untersuchungen am Rasterelektronenmikroskop (im Folgenden REM Untersuchung genannt) standen ein Gerät der Firma Zeiss, Typ EVO60XVP und ein Gerät der Firma Zeiss, Typ DSM962 zur Verfügung. An die Geräte ist jeweils eine energiedispersive Röntgenmikroanalyseeinrichtung (EDX) angeschlossen, mit der sich orts aufgelöste elementspezifische Analysen durchführen lassen (**Bild 4-3**).

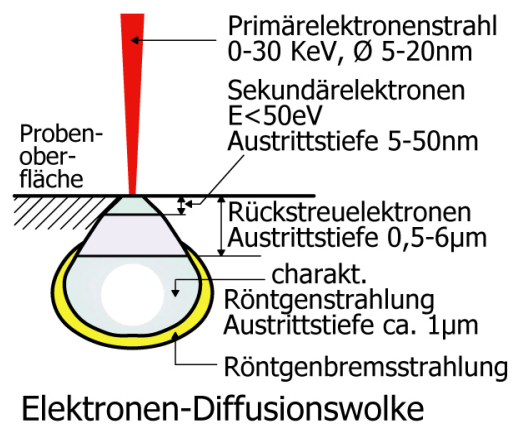


Bild 4-3: links: REM Zeiss Evo60, rechts: Funktionsprinzip EDX Analyse /IGB2012/

Es wird sich zunutze gemacht, dass der bei der REM Untersuchung verwendete Elektronenstrahl grundsätzlich in der Lage ist, Atome des Grundmaterials (kurzfristig) zu ionisieren. Dabei werden durch die hochenergetischen freien Elektronen des auftreffenden Elektronenstrahls die gebundenen Elektronen des Grundmaterials aus einer inneren Schale (z.B. K-Schale) herausgeschlagen und durch Elektronen einer äußeren Schale (z.B. L-Schale) ersetzt. Die Energiedifferenz der Elektronenübergänge zwischen den beiden Schalen wird dabei als elementspezifische charakteristische Röntgenstrahlung freigesetzt, über die die Bestimmung der Bestandteile des Grundmaterials ermöglicht wird.

4.5 Eigenspannungsmessungen

Zur Werkstoffcharakterisierung wurden Eigenspannungen experimentell mit charakteristischer Röntgenstrahlung (Cr-K α -Strahlung) am {211}-Reflex des Eisens (Gitterkonstante 0,28730 nm) nach dem $\sin^2\Psi$ - Verfahren mit einem Diffraktometer der Firma Stresstech, Modell XStress G3R in modifizierter Ψ - Anordnung, bestimmt (**Bild 4-4**). Dabei werden aus 7 Distanzwinkeln in $+\Psi$ und $-\Psi$ Richtung verschiedene zum Röntgenreflex beitragende Körner getroffen, die je nach ihrer Ausrichtung zur Hauptspannungsrichtung mehr oder weniger starke Gittereigendehnungen aufweisen (**Bild 4-5**). Je nach Ausmaß der Gittereigendehnungen verschiebt sich mit zunehmendem Psi-Winkel das Peakmaximum relativ zu einer zuvor kalibrierten Nulllage. Die so

gemessenen Verschiebungen der Peakpositionen lassen sich mit Hilfe der röntgenelastischen Konstante der $\{211\}$ -Netzebene ($\frac{1}{2} s_2 = 5,76 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{N}$) zu Eigenspannungswerten berechnen. Die Eigenspannungen wurden an den in Abhängigkeit der Fragestellung festgelegten Messpositionen jeweils mit einer 1mm Blende gemessen (siehe Abschnitt 6.5).

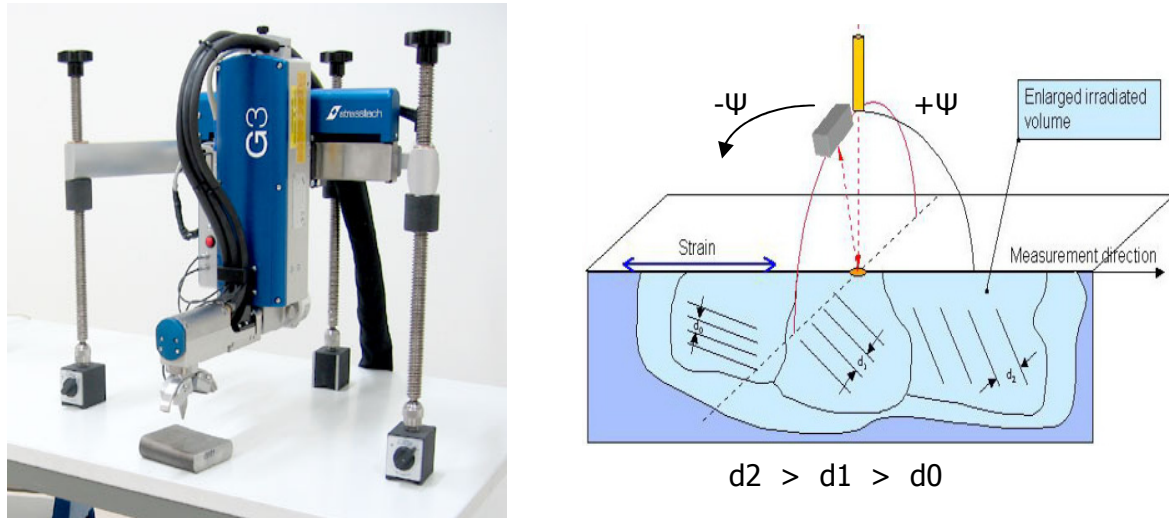


Bild 4-4: links: Eigenspannungsmessgerät Stresstech, beispielhaft das Modell G3, rechts: Funktionsprinzip $\sin^2\Psi$ – Verfahren /STR2007/

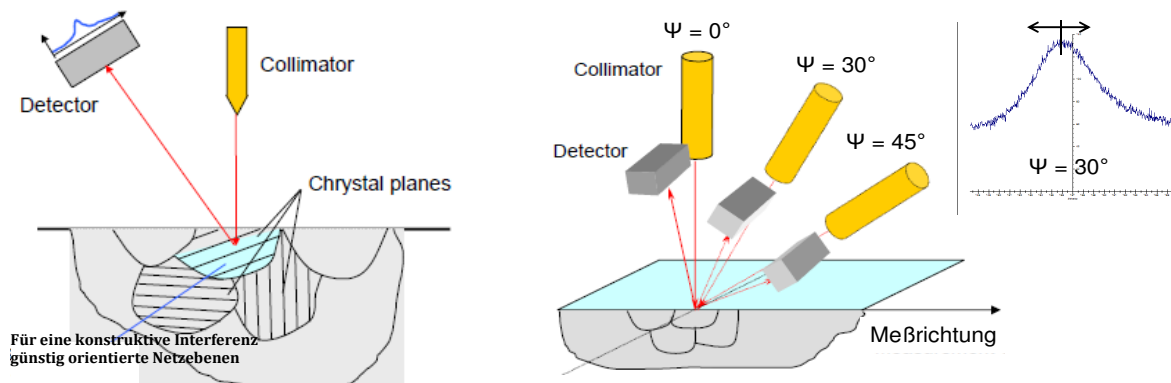


Bild 4-5: Zur Verschiebung der Peakposition in Abhängigkeit des Psi Winkels /STR2007/

5 Entwicklung des Prüfverfahrens

Wesentlich für das zu entwickelnde Prüfverfahren ist eine Versuchsführung, die es erlaubt, verschiedene die Feuerverzinkung betreffende Beanspruchungssituationen abzubilden. Darüberhinaus soll das Prüfverfahren in der Lage sein, die in **Bild 5-1** dargestellten Einflussgrößen in Kombination miteinander bzw. separat zu untersuchen. Schwerpunkt ist dabei der Werkstoff bzw. der Werkstoffzustand, die Zinkschmelze und die Beanspruchungssituation.

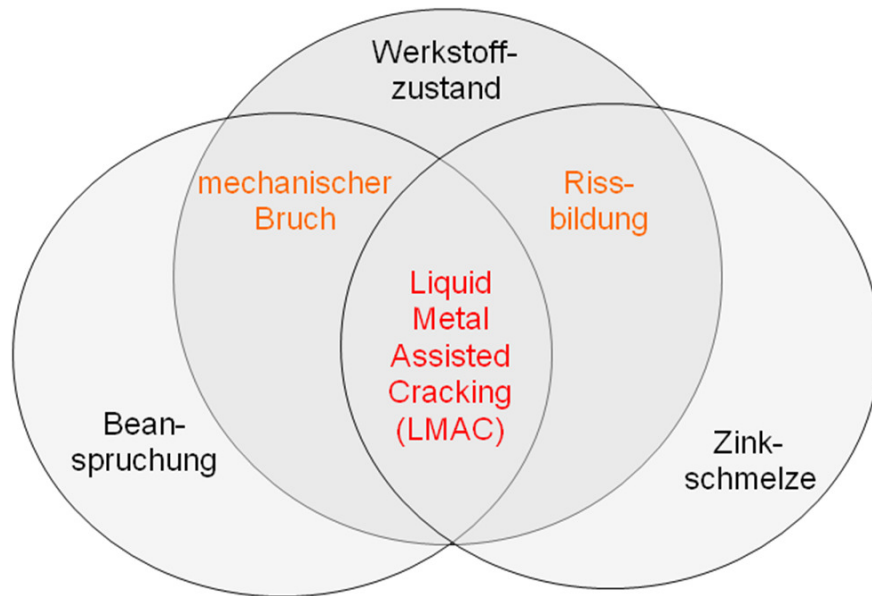


Bild 5-1: Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung (Liquid Metal Assisted Cracking - LMAC)

5.1 Isolierte Untersuchung der Einflussgrößen Werkstoffzustand, Zinkschmelze und Beanspruchung

Um die in Bild 5-1 gezeigten Einflussgrößen Werkstoff(zustand) und Zinkschmelze isoliert zu betrachten, wurden zunächst Flachproben in drei verschiedenen Bearbeitungsstufen (gewalzt und geätzt (1), poliert (2) sowie poliert und spannungsarm gegläut (3)) hergestellt und der Eigenspannungszustand der Oberflächen an den Positionen A und B (**Bild 5-2**) an jeweils drei Proben röntgenografisch untersucht. Die jeweils gemittelten Ergebnisse der gemessenen Eigenspannungszustände an den Positionen A und B sind in **Tabelle 5-1** dargestellt.

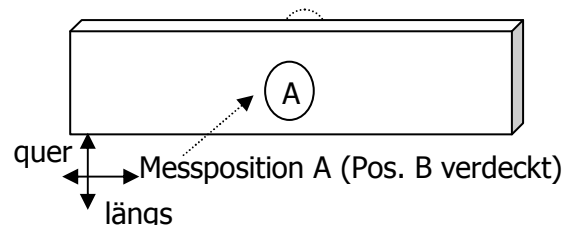


Bild 5-2: Positionen zur Messung der Eigenspannungen an der Flachprobe

Tabelle 5-1: Oberflächen-Eigenspannungszustände bei verschiedenen Bearbeitungsstufen

	Bearbeitungsstufe	längs (gerundet)	quer (gerundet)
gewalzt+gefräst	1 (technische Oberfläche)	-300 MPa	-300 MPa
poliert	2	-190 MPa	-190 MPa
poliert+geglüht	3 (gut reproduzierbare Oberfläche)	-30 MPa	-30 MPa

Im Rahmen von Vorversuchen hatte sich gezeigt, dass die Proben der Bearbeitungsstufe 1 aufgrund der mechanischen Bearbeitung, Randdefekte und Mikrokerben aufweisen (**Bild 5-3a**) und beim Verzinkungsvorgang durch Einwirkung von flüssigem Zink hervorgerufene Korngrenzenlockerungen daher wahrscheinlich sind. Die Oberflächen von nach Bearbeitungsstufe 1 hergestellten Proben sind gleichzusetzen mit technischen Oberflächen von Verzinkungsgut und sind damit hinsichtlich einer realitätsnahen Abbildung zu bevorzugen. Andererseits sind die so hergestellten Oberflächenzustände undefiniert und für Laborexperimente, die reproduzierbare Ausgangsvoraussetzungen erfordern, kritisch zu bewerten.

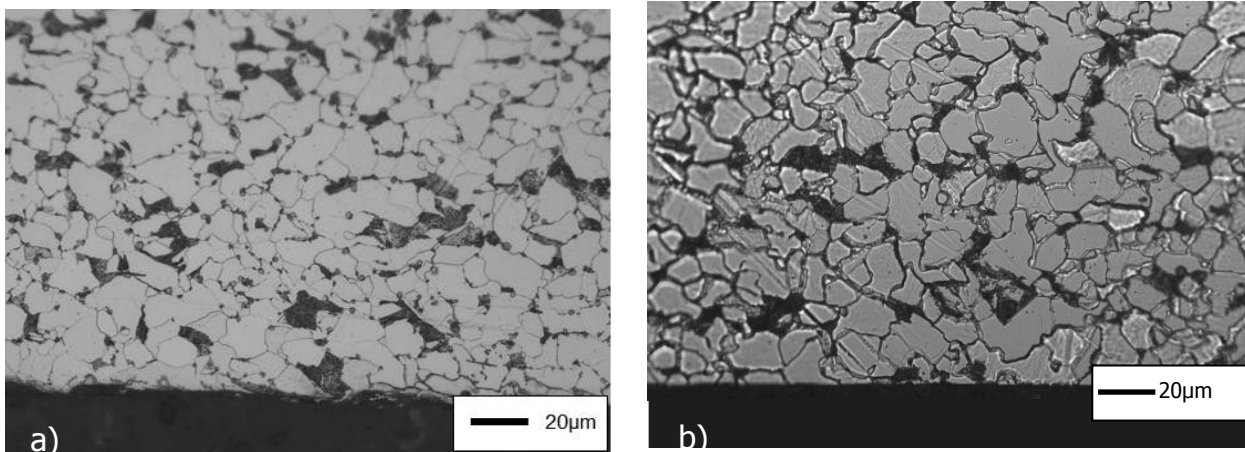
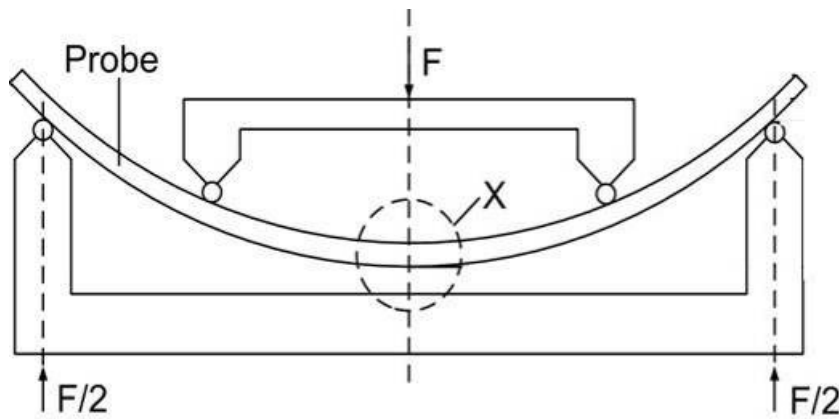


Bild 5-3: Vergleich der Oberflächenbeschaffenheit einer Flachprobe am Querschliff, a): gefräst, b): poliert

Die an der polierten Oberfläche (**Bild 5-3b**) weiterhin vorhandenen Druckspannungen wurden mittels einer Glühbehandlung nahezu eliminiert, sodass der polierte und geglühte Zustand (Bearbeitungsstufe 3 aus Tabelle 5-1) für die weiteren Untersuchungen als ausreichend reproduzierbar anzusehen ist. Da eine LMAC Rissbildung in der Praxis ausschließlich vom Rand des Bauteils ausgeht, ist für eine separate Untersuchung des Einflusses der Zinkschmelze ein nach Bearbeitungszustand 3 hergestellter Randzustand ideal. So definiert hergestellte Proben wurden in den Zinkschmelzen S0 und S9a lastfrei für 15sec, 15min und 24h verzinkt und gemäß der in Abschnitt 4 beschriebenen Vorgehensweise metallografisch ausgewertet.

Um den Einfluss der Beanspruchungssituation abzubilden, wurden in einer weiteren Versuchsreihe in den Zinkschmelzen S0 (Reinzink) und S9a (Zn mit jew. 1% Pb und 1% Sn) für 15min verzinkte Flachproben (Bearbeitungsstufe 3) in einer Vierpunkt Biegevorrichtung einem Zeitstandversuch ausgesetzt. Die Umgebungstemperatur betrug über die gesamte Versuchsdauer rund 415°C. Die Vorrichtung mit den Versuchsparametern ist im **Bild 5-4** dargestellt. Die Position X kennzeichnet die maximale Durchbiegung, an der der zur metallografischen Auswertung erforderliche Schliff angefertigt wird.



Umgebungs-
temperatur: 415°C

Nennspannung:
480MPa

Versuchsdauer:
rd. 40h

Bild 5-4: Vierpunkt Biegevorrichtung mit den Parametern bei der Versuchsdurchführung

5.2 Kombinierte Untersuchung der Einflussgrößen Werkstoffzustand, Zinkschmelze und Beanspruchung

Um die Einflüsse Werkstoff-Zinkschmelze-Beanspruchung in Kombination zu untersuchen, wurde ein Versuchsaufbau entwickelt, der durch die Probenform und den Ablauf (Beanspruchungs-Zeit Funktionen) definiert ist.

Wesentlich für den Versuchsaufbau ist die in Abschnitt 3.3.2 beschriebene U-förmige Laborprobe, die auf einfache Weise in die Zinkschmelze eingeschwenkt wird (**Bild 5-5**). Durch die Anordnung der Probenaufnahme außerhalb des Tiegels wird eine Kontamination der verschiedenen Zinkschmelzen mit unerwünschten Elementen durch Verschleppen der Zinkanhaftungen an den Probenaufnahmen, wie sie beispielsweise bei der Prüfung von Zugproben stattfindet /NIE1965/, vermieden. Die Einheit zur Messung der Prüfkraft (Kraftmessdose) befindet sich im Bereich K, der Aufnehmer für die elektronisch gemessene Probenaufweitung im Bereich W.

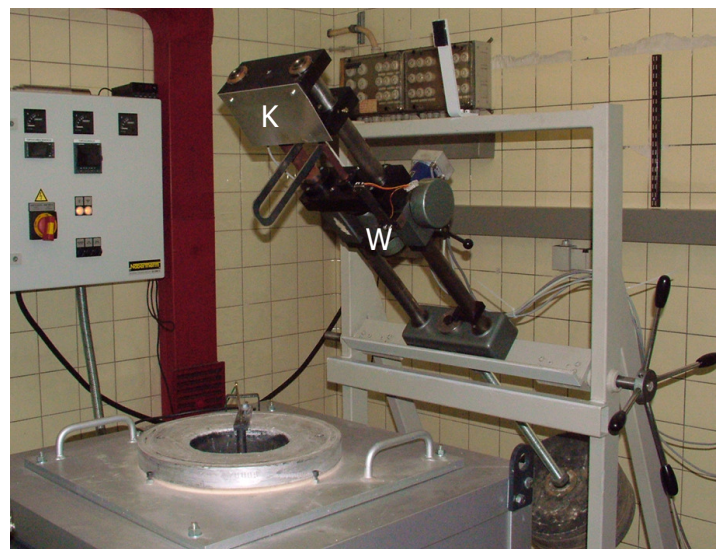
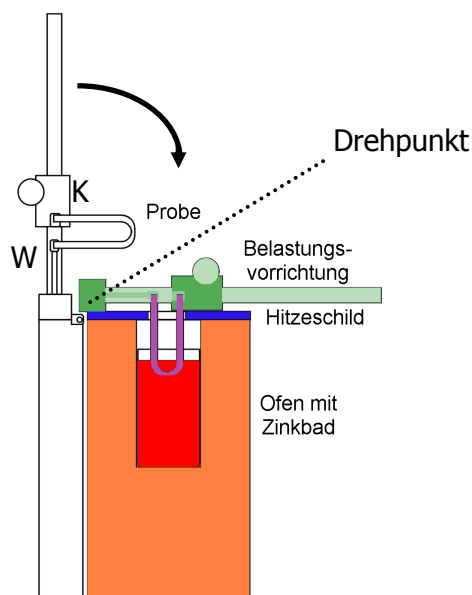


Bild 5-5: Links: Versuchsaufbau, rechts: Ausgeführter Versuchsstand

Die in Abschnitt 3 beschriebene offene Probenform ermöglicht darüberhinaus durch ein gezieltes Zusammenbiegen der Probenschenkel mit anschließender Rückfederung das Einbringen von definierten Spannungszuständen in den in der Kerbe liegenden Prüfbereich (Kaltumformung).

5.3 Beschreibung der verwendeten Probenformen

Zu Beginn der Versuche kamen, wie in Abschnitt 3.3.2 beschrieben, im Wesentlichen die ungekerbte Probenform A und die gekerbte Form B zum Einsatz. Im Verlauf der Untersuchungen wurde deutlich, dass die ungekerbte Form im Vergleich zur gekerbten Probe ungeeignet ist, um Zinkschmelzen hinsichtlich ihres LMAC Risikopotenzials zu bewerten. Die Aufweitungen waren bei dieser Probenform aufgrund der höheren Steifigkeit insgesamt deutlich größer, die Unterscheidung zwischen den Schmelzen allerdings deutlich geringer. In der Folge wurden die Versuche ausschließlich mit der gekerbten Form B durchgeführt. In einer Weiterentwicklung kam die Probenform D zum Einsatz, deren auf die maximale Kerbspannung bezogener Axialspannungsverlauf für kleine Ligamenttiefen an die oben beschriebene LNT Probe angelehnt ist. Aufgrund der Parametervielfalt wurden nicht alle Probenformen aus allen Werkstoffen hergestellt. **Tabelle 5-2** zeigt eine Auflistung der in der Arbeit verwendeten Proben- und Werkstoffvariationen.

Tabelle 5-2: In der Arbeit verwendete Werkstoff- und Probenvariationen

Werkstoff	S 355 J2 (6mm)	42CrMo4	S355 J2 (10mm)	P460	S690 Q
Probenform	B + D	B	D	D	D

Durch die Umstellung auf 10mm Bleche und um die dadurch bedingten höheren Prüfkraften technisch zu realisieren, war es erforderlich, die Probenaufnehmer und die Motorsteuerung auf die dickeren Proben anzupassen. Wie im Folgenden dargestellt, werden darüberhinaus bei den größeren Proben im Vergleich zu den kleineren die bei der Ermittlung der Probenabmessungen messtechnisch bedingten relativen Fehler minimiert.

Die Kerben aller verwendeten Proben werden im Vorfeld der Prozessreihenfolge (Tabelle 3-2) in Bezug auf ihre Höhe (Ligamenttiefe) und Breite (Blechdicke) mit einem digitalen Messschieber vermessen. Die Kerbhöhe wird von zwei Seiten ermittelt, da die Kanten beim Wasserstrahlschneiden nicht absolut parallel zueinander, sondern leicht versetzt stehen (siehe Bild 3-2). Um den Kerbquerschnitt möglichst genau zu bestimmen, werden die beiden Werte gemittelt. Die exakten geometrischen Angaben über die Kerbgeometrie sind erforderlich, da besonders beim Zeitstandversuch die Wahl des Spannungsniveaus für die Lebensdauer der Probe von erheblicher Bedeutung ist. Konkret stellt sich bei der Messung der Kerbgeometrie eine durchgeführte Messunsicherheitsbetrachtung wie folgt dar.

Beim Ausmessen der Kerbgeometrie muss im Umgang mit Prüfmitteln (hier: digitaler Messschieber) von einer Streuung der Messergebnisse ausgegangen werden. In **Tabelle 5-3** sind beispielhaft für zehn Proben der Form B die direkt in Folge ermittelten Abmessungen dargestellt.

$$\Delta\text{Höhe} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} |(\bar{h}_{i,1.\text{Messung}} - \bar{h}_{i,2.\text{Messung}})|$$

Gleichung 5-1

Die mittlere Abweichung der Höhe der Probe bestimmt sich nach **Gleichung 5-1** aus dem gemittelten Betrag der Differenz der jeweils gemessenen mittleren Höhen zu $\Delta\text{Höhe} = 0,06\text{mm}$, die mittlere Abweichung der Breite bestimmt sich analog aus dem Betrag der Differenz der einzelnen absoluten Abweichungen der zwei Messungen zu $\Delta\text{Breite} = 0,02\text{mm}$ (siehe auch Abschnitt 6). Da die Abweichungen absolut zu sehen sind, fallen die so ermittelten Unsicherheiten der Geometriemessung bei den aus den 6mm Blechen hergestellten Proben im Vergleich zu den aus den 10mm Blechen hergestellten stärker ins Gewicht. Das bedeutet, dass der relative aus der Geometriemessung resultierende Fehler bei den Proben aus den 10mm Blechen niedriger ist als bei den Proben aus den 6mm Blechen.

Tabelle 5-3: Zwei Messungen der Kербгеометрии in direkter Folge ermittelt

	1. Messung				2. Messung			
Probe	Höhe h1 in mm	Höhe h2 in mm	mittlere Höhe in mm (h1)	Breite b in mm	Höhe h1 in mm	Höhe h2 in mm	mittlere Höhe in mm	Breite b in mm
1	11,61	11,72	11,67	5,91	11,54	11,65	11,60	5,89
2	11,88	11,92	11,90	5,94	11,75	11,86	11,81	5,94
3	11,94	12,01	11,98	5,95	11,74	11,87	11,81	5,93
4	11,87	11,93	11,90	5,96	11,83	11,91	11,87	5,97
5	11,70	11,87	11,79	5,98	11,72	11,87	11,80	5,98
6	11,73	11,76	11,75	6,07	11,71	11,77	11,74	6,04
7	11,87	11,92	11,90	6,05	11,78	11,91	11,85	6,03
8	11,93	11,95	11,94	5,94	11,81	11,98	11,90	5,98
9	11,96	12,00	11,98	5,99	11,93	11,96	11,95	5,96
10	11,88	11,90	11,89	6,06	11,79	11,87	11,83	6,09

5.4 Durchführung der Versuche

Die -wie in Abschnitt 3 beschrieben- hergestellten Proben wurden erst unmittelbar vor Versuchsbeginn außerhalb der Schmelze in die Vorrichtung eingespannt, mittels der Schwenkvorrichtung zügig ($\approx 5\text{sec}$) in die Schmelze eingetaucht und der Versuch manuell gestartet.

Nach Versuchsstart wurde generell eine Vorlast in Höhe von 20N angefahren und für 20sec gehalten (Ausnahme: Relaxationsversuch). Damit wird der gemessene Weg weder durch das Spiel in der Probenaufnahme noch durch die auftretende Wärmedehnung verfälscht. Erst dann

wurde der Startpunkt für den Traversenweg bestimmt und der entsprechende Versuchstyp (Beanspruchungssituation) angefahren.

In den nachfolgenden Betrachtungen findet der Relaxationsversuch keine Berücksichtigung. Diese Versuchsart kam im Rahmen von Voruntersuchungen zum Einsatz, wobei keine auswertbaren Ergebnisse erzielt werden konnten. Die Kraft fällt beim Relaxationsversuch sehr schnell ab und eine Unterscheidung zwischen Fließen des Werkstoffs und LMAC Schädigung ist nur schwer möglich.

Bei den Zeitstandversuchen wurden jeweils diskrete Nennspannungsniveaus in Abhängigkeit des verwendeten Werkstoffs eingestellt. Die Nennspannungen wurden jeweils zügig in Wegregelung mit einer Weggeschwindigkeit von 1mm/sec angefahren. Kurz vor Erreichen der jeweiligen Sollspannung wurde in Kraftregelung umgeschaltet, sodass kein Überspringen stattfand. Durch die konstante Beanspruchung, auch in der Phase der Rissentwicklung, stellten sich insbesondere in den höher legierten Zinkschmelzen -mit entsprechend höherem Rissbildungspotenzial- infolge der hohen Dynamik des Schädigungsprozesses wesentlich höhere Traversengeschwindigkeiten ein, als im nachfolgend beschriebenen Zugversuch. Das jeweilig gewählte Lastniveau führte zu Versuchszeiten, die zwischen wenigen Minuten und einer Stunde lagen. Falls nach einer Stunde noch keine Beschleunigung des Traversenweges festzustellen war, die als Indikator für eine fortschreitende LMAC Schädigung anzusehen ist, wurde der Versuch abgebrochen (siehe Abschnitt 5.5).

Die Zugversuche wurden zu Beginn der Untersuchungen mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 0,05mm/sec durchgeführt, wobei sich je nach verwendeter Zinkschmelze und Werkstoff Versuchszeiten von etwa 5min bis 15min einstellten, was in etwa typischen Verzinkungszeiten entspricht. Im weiteren Verlauf der Untersuchungen wurde deutlich, dass sich bei einer höheren Abzugsgeschwindigkeit von 1,00mm/sec erhebliche Unterschiede in den erreichten Aufweitungen ergaben. Da sich die Versuche jedoch zu diesem Zeitpunkt bereits in einem fortgeschrittenen Stadium befanden, konnten mit der höheren Geschwindigkeit nur einige wenige Schmelzen gezielt nachgeprüft werden, alle später verwendeten Schmelzen wurden durchgehend mit zwei Aufweitungsgeschwindigkeiten geprüft.

Mit der um den Faktor 20 höheren Geschwindigkeit werden Versuchszeiten von unter einer Minute erreicht; oftmals ist der Versuch nach wenigen Sekunden beendet.

Die technischen Parameter zu den hier zur Anwendung kommenden Versuchsarten sind in der **Tabelle 5-4** dargestellt

Tabelle 5-4: Erläuterungen zu den Verzinkungsversuchen

Versuchsart	Symbol	Aufweitungsgeschwindigkeit v_T	Dehnrage
Langsamer Zugversuch	TL	0,05mm/sec	ca. 0,05%/sec
Schneller Zugversuch	TS	1,00mm/sec	ca. 1%/sec
Zeitstandversuch	C	1,00mm/sec bis zur Nennlast, danach variabel	variabel

5.5 Auswertung der LMAC Versuche und Mikrorissbildung

Sowohl aus dem Zeitstand- als auch aus dem Zugversuch erhält man vom Grundsatz her jeweils die Größen Kraft (Nennspannung), Weg (Dehnung) und Zeit, wobei die Zeit beim Zugversuch nicht explizit ausgewertet wurde. Die Bestimmung des Versagenspunktes ist bei beiden Versuchsvarianten ein wesentlicher Bestandteil der Auswertung. Beim Zugversuch wurde in Übereinstimmung mit der Vorstellung, dass das Entstehen eines Anrisses zu einem Rückgang der Spannung führt /FEL2007/, zunächst das Maximum des Kraft-Weg Diagramms als Versagenspunkt herangezogen. Beim Zeitstandversuch wurde analog hierzu der Punkt im Weg-Zeit Diagramm betrachtet, an dem eine Zunahme der Weggeschwindigkeit zu verzeichnen ist. Wie sich in den folgenden Abschnitten zeigt, entsteht der Riss jedoch bei beiden Versuchsvarianten zu einem deutlich früheren Zeitpunkt, als dies aus den im Versuch aufgezeichneten Daten unmittelbar abzuleiten ist.

Kennzeichnend für den *Zugversuch* ist eine zunächst lineare Kraftzunahme im elastischen Bereich, in dem die angelegte Kraft direkt proportional zum Traversenweg (Aufweitung der Probe) ist (**Bild 5-6**, rote Kurve). Im nachfolgenden plastischen Bereich steigt die Nennspannung mit zunehmendem Weg weiter an. Das Erreichen des Kraftmaximums wird dabei als Beginn der Entwicklung des Versagens (Rissbildung) verstanden und die Aufweitung im Maximum $v_{LL,c}$ der Probe in den Kraftangriffspunkten ausgewertet. Über die aus den Warmzugversuchen ermittelten Fließkurven und der jeweils verwendeten Probenform wird mittels der FEM Simulation der Zusammenhang zwischen gemessener Probenaufweitung und plastischer Dehnung $\bar{\epsilon}_{p,c}$ im Kerbgrund hergestellt. Der Index p steht für „plastic“, der Index c steht in Übereinstimmung mit den für Bemessungsregeln üblichen Bezeichnungskonventionen für „critical“. Dabei ist jedoch hervorzuheben, dass es auch bei einem scheinbar abrupten Lastabfall im Maximum bei für LMAC anfälligen Werkstoffen und hoch zinnlegierten Schmelzen nicht zu einem kritischen, d.h. instabilen Risswachstum kommt. Vielmehr führt die mit der Rissbildung verbundene Entlastung zu einem Rückgang der Rissbildungsgeschwindigkeit. Durch LMAC Schädigungen verursachte Risse sind also spannungskontrolliert und auffangbar.

Da bereits vor Erreichen des Maximums dehnungsrelevante Schädigungen in der Randschicht vermutet wurden, wurden zusätzlich Referenzversuche in der neutralen Salzschnmelze SN bei gleichfalls 450°C durchgeführt. Wie Bild 5-6 beispielhaft zeigt, liegt die in der Zinkschnmelze (hier Reinzink) ermittelte Last-Aufweitungskurve signifikant unter der in der Salzschnmelze aufgenommenen grünen Kurve. Da in beiden Fällen der Versuch erst nach einer Durchwärmung der Probe gestartet wurde, muss die schnellere Zunahme der Aufweitung in der Zinkschnmelze auf scheinbare Dehnungsvorgänge in der Randschicht zurückgeführt werden. Tatsächlich konnten an Proben, bei denen der Zugversuch nach Erreichen unterschiedlicher Aufweitungen abgebrochen wurde, mehrere kurze Risse festgestellt werden, deren Zahl und Länge mit der erreichten Aufweitung systematisch zunahm (Bild 5-6, Positionen A bis C).

Die Berechnung der in der Zinkschnmelze schädigungsfrei ertragbaren Dehnung darf daher nicht unmittelbar auf Basis der im Kraftmaximum erreichten Aufweitung erfolgen. Diese ist, wie in Bild 5-6 dargestellt, um die durch die Mikrorissbildung bedingte scheinbare Dehnung verfälscht. Daher wird die Dehnungsberechnung auf Basis der in der Salzschnmelze bei gleicher Nennspannung ermittelten Aufweitung durchgeführt. Dieser Wert stellt dann eine Abschätzung

nach unten und somit in Richtung auf die sichere Seite dar, da bei dieser Betrachtungsweise die unterschiedlichen Versuchsdauern nicht berücksichtigt werden. Tatsächlich sind die in der Probe auftretenden Dehnungen nicht allein durch die auftretenden Spannungen bedingt, sondern in hohem Maße zeitabhängig (Kriechen). Allerdings kann der durch Kriechvorgänge bedingte Dehnungsanteil bei der vorliegenden Datenbasis nicht quantifiziert werden.

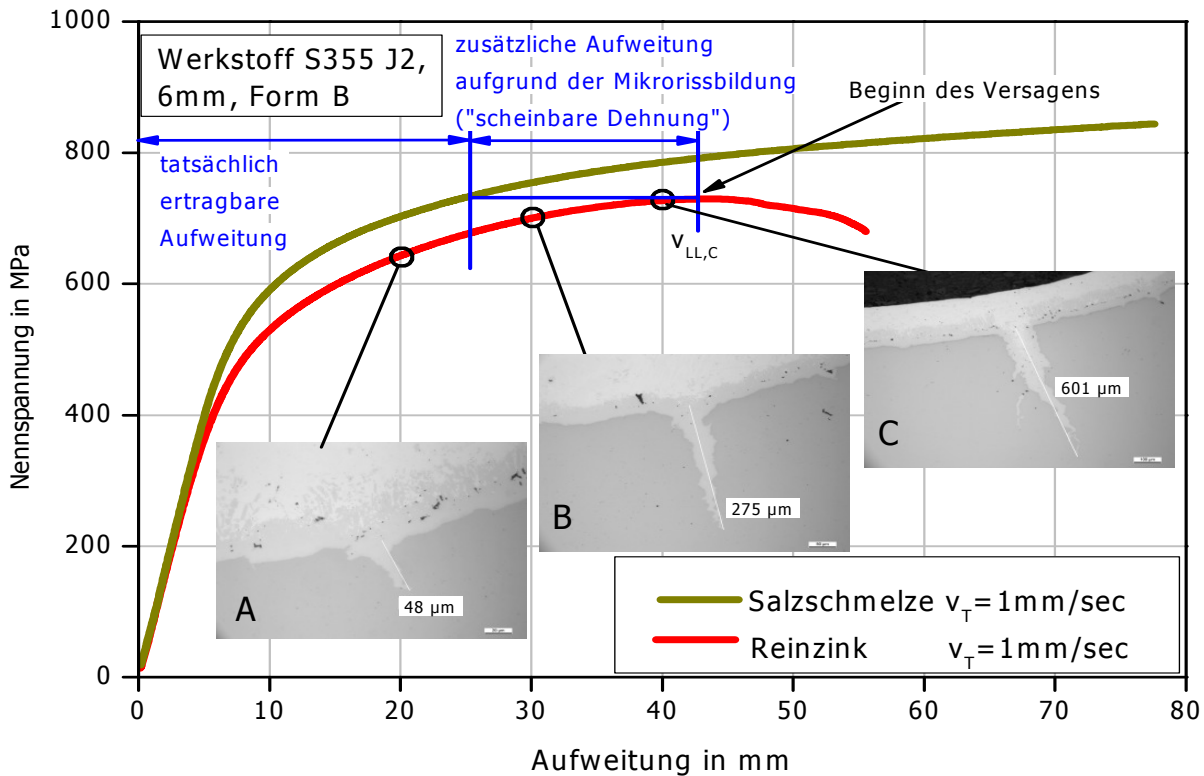


Bild 5-6: Zusätzliche Aufweitung infolge einer Mikrorissbildung im Zugversuch

In dieser Korrektur der ertragbaren Dehnungen $\epsilon_{p,c,korr}^-$ um die durch die Mikrorissbildung beeinflusste Messung unterscheidet sich das hier dargestellte Prüfverfahren von dem in der DAST Richtlinie 022 auf Basis der Untersuchungen von /FEL2007, FEL2008/ eingeführten Verfahren, das vor allem bei duktilen Werkstoffen und niedrig legierten Zinkschmelzen (= geringes LMAC Gefährdungspotenzial) zu deutlich größeren ertragbaren Dehnungswerten führt.

Soweit nicht anders dargestellt, werden in der hier vorliegenden Arbeit ausschließlich die korrigierten ertragbaren Dehnungen $\epsilon_{p,c,korr}^-$ verwendet.

Der *Zeitstandversuch* ist in drei Bereiche gegliedert, von denen zur Auswertung lediglich der Bereich II (Bereich gleichmäßigen Fließens) sowie der Bereich III (Bruch / Versagen) von Interesse ist (**Bild 5-7**). Im Bereich II kann die Traversenweg-Zeitkurve mit guter Näherung durch eine Gerade beschrieben werden. Zu dieser Geraden wird in einem bestimmten Abstand überlinear eine Parallele gelegt, deren Schnittpunkt mit der Versuchskurve ein Kriterium für den Versagensbeginn gibt. Aus in Vorversuchen durchgeführten Sensitivitätsanalysen ergab sich für die überlinear anzulegende Gerade ein für die weiteren Auswertungen geeigneter Abstand von 0,2mm zur Versuchskurve. Das weitere Ansteigen der Traversengeschwindigkeit ist ein Indikator für den zunehmend beschleunigten Schädigungsfortschritt und wird ab einer Geschwindigkeit von 0,2mm/sec als Bruch gewertet. Zu diesem Zeitpunkt hat sich der Riss voll ausgebildet und die Probe versagt abrupt (Bild 5-7, Position A).

Die Wirkung von Zeit und Dehnung ist beim Zeitstandversuch als unabhängig zu betrachten, da der Traversenweg (Aufweitung) -im Vergleich zum Zugversuch- nicht über die Traversengeschwindigkeit mit der Zeit gekoppelt ist. Zusätzlich zu den ermittelten Zeiten von Anriss und Bruch kann also auch die entsprechende Aufweitung (Traversenweg, Dehnung) als ein weiteres Auswertekriterium genutzt werden. Bild 5-7 zeigt beispielhaft die Auswertung des Zeitstandversuchs mit den beiden verwendeten Kriterien für den Beginn des Versagens und den Bruch der Probe.

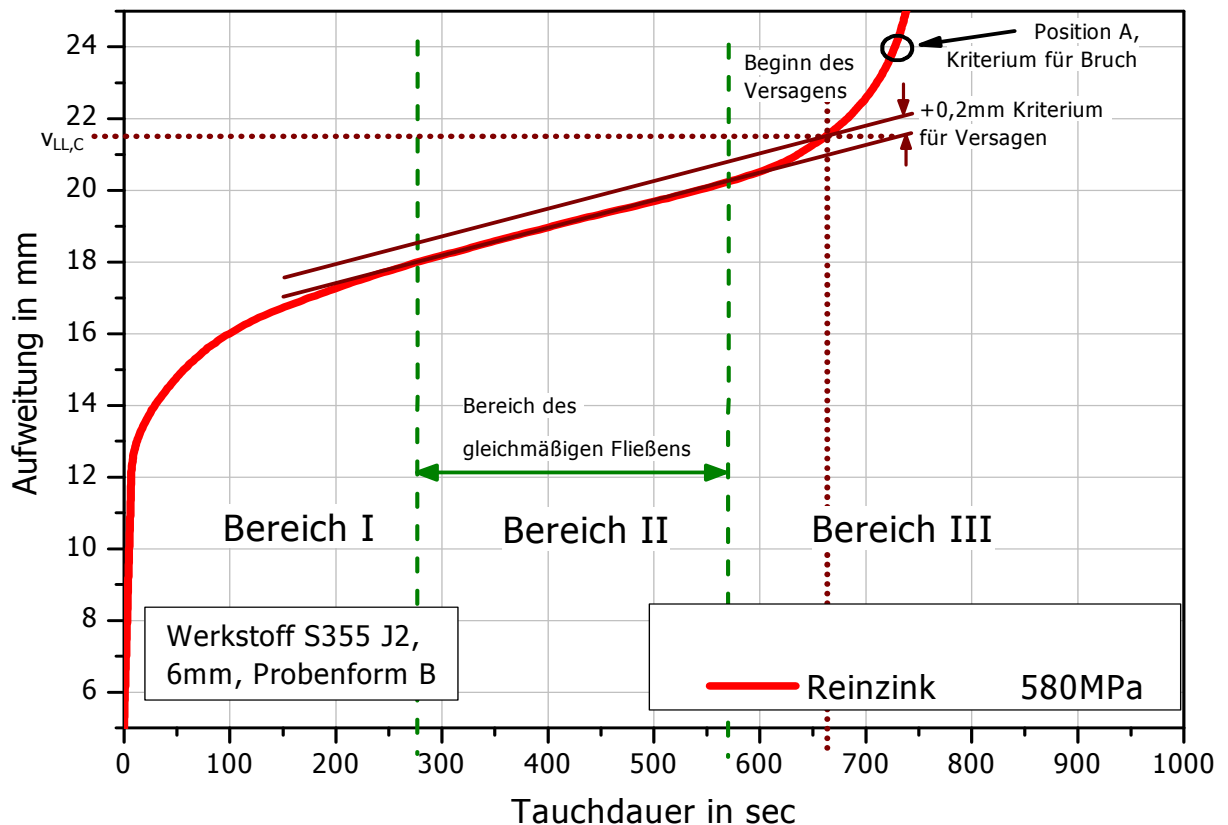


Bild 5-7: Auswertung des Zeitstandversuchs mit den Kriterien für Anriss und Bruch

Auch beim Zeitstandversuch treten bereits vor dem mit dem oben dargestellten Verfahren bestimmten Anrisszeitpunkt in der Randschicht Mikrorisse auf, die zu einer Vergrößerung der Aufweitung der Proben führen. Für die Berechnungen der realen plastischen Dehnungen aus den gemessenen Traversenwegen (Aufweitungen) wird daher auf die in der neutralen Salzsäure SN bei gleicher Nennspannung ermittelte Referenzkurve zurückgegriffen, wie **Bild 5-8** beispielhaft verdeutlicht. Zusätzlich sind hier zwei auf Einzelergebnisse basierende beispielhafte Kurvenverläufe bei einer angelegten Nennspannung von 560MPa und 600MPa in Reinzink dargestellt. Im Vergleich zum Zugversuch bleibt beim Zeitstandversuch bei der Korrektur der um die Mikrorissbildung zusätzlichen Aufweitung der Anteil der Kriechdehnung erhalten, da die Versuchskurve und die Referenzkurve bei jeweils der gleichen Zeit betrachtet werden. Der funktionale Zusammenhang zwischen zusätzlicher Aufweitung infolge der Mikrorissbildung und Tauchdauer wurde nicht untersucht. Es ist anzunehmen, dass ein solcher Zusammenhang werkstoff- und spannungsabhängig und darüberhinaus von der verwendeten Zinkschmelze abhängig ist.

Die in Bild 5-8 gekennzeichneten Punkte markieren die bei einer praxisüblichen Verzinkungsdauer von 800sec in der Salzsämelze erreichten Aufweitungen, die bei der Bestimmung der realen plastischen Dehnungen in Abschnitt 6 benötigt werden. Die Auswertung bei einer Tauchdauer von 800sec im Zeitstandversuch wurde in einer frühen Phase der Versuche festgelegt und beibehalten. Alle Versuche können grundsätzlich auch bei anderen Tauchdauern ausgewertet werden, wobei die Kernaussagen bzgl. der Ergebnisse weitestgehend erhalten bleiben.

Eine Messunsicherheitsbetrachtung zur Auswertung der Versuche muss für den Zug- und Zeitstandversuch jeweils getrennt durchgeführt werden. Konkrete Angaben zu Messfehlern, Statistik und Einfluss der Messung der Probengeometrie können erst nach erfolgter Versuchsdurchführung diskutiert werden und sind Bestandteil des Abschnitts 6.4. Gesondert betrachtet werden die Einflüsse von Zinkschmelzentemperatur und Tiegelfüllstand auf die Versuchsergebnisse (siehe Abschnitt 6.4).

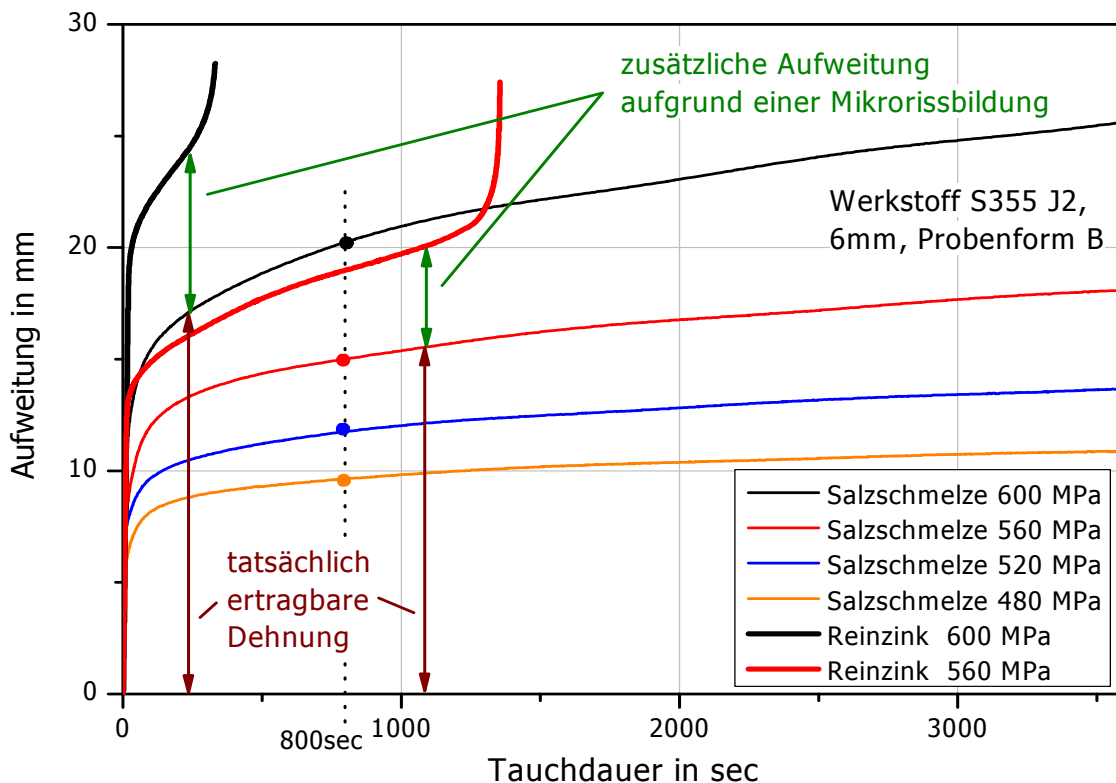


Bild 5-8: Zusätzliche Aufweitung aufgrund einer Mikrorissbildung im Zeitstandversuch

5.6 Mittels FEM berechneter Zusammenhang von experimentell gemessener Aufweitung und plastischer Vergleichsdehnung

Wie oben beschrieben, liefern die Zug- und die Zeitstandversuche jeweils bestimmte für die Auswertung unterschiedlich verwertbare Ergebnisse. Im Zugversuch kann sowohl die maximal ertragbare Nennspannung zur Auswertung herangezogen werden als auch die bis zu diesem Punkt erreichte Aufweitung der Probe. Beim Zeitstandversuch ist neben der angelegten Nennspannung die bis zum Versagensbeginn verstrichene Zeit sowie die bei diesem Zeitpunkt erreichte Aufweitung von Interesse.

Dabei werden jeweils die aufgebrachte Prüfkraft bzw. Nennspannung als Maß für die Beanspruchung und die zugeordnete Aufweitung als Maß für den plastischen Verformungszustand (Schädigungszustand) betrachtet. Die dabei lokal in der Kerbe herrschenden Spannungen und Dehnungen werden numerisch mit Hilfe der finite Elemente Methode (FEM) unter Verwendung eines 3D-Modells mit hexagonalen Elementen und 20 Knoten mittels der Software ABAQUS berechnet.

Als Grundlage für die FEM-Analyse wurden am IfW für den Werkstoff S355 J2 (6mm) Warmzugversuche bei 450°C durchgeführt, die mit unterschiedlichen Dehnraten von $0,5 \cdot 10^{-3} \text{sec}^{-1}$ bis $1 \cdot 10^{-2} \text{sec}^{-1}$ (3%/min bis 60%/min) und bis zu unterschiedlichen Gesamtdehnungen belastet wurden, um die Fließkurve auch über den Bereich der Gleichmaßdehnung hinaus darstellen zu können. Die gemittelte Fließkurve dieser Versuche ist im **Bild 5-9** dargestellt, wobei die x-Achse die plastische Dehnung bezogen auf die Gesamtdehnung darstellt. Aus den gemessenen Bruchdehnungen und Einschnürungen wurden nach /LIN1996/ weitere Datenpunkte generiert und der weitere Verlauf der Fließkurve linear angenähert.

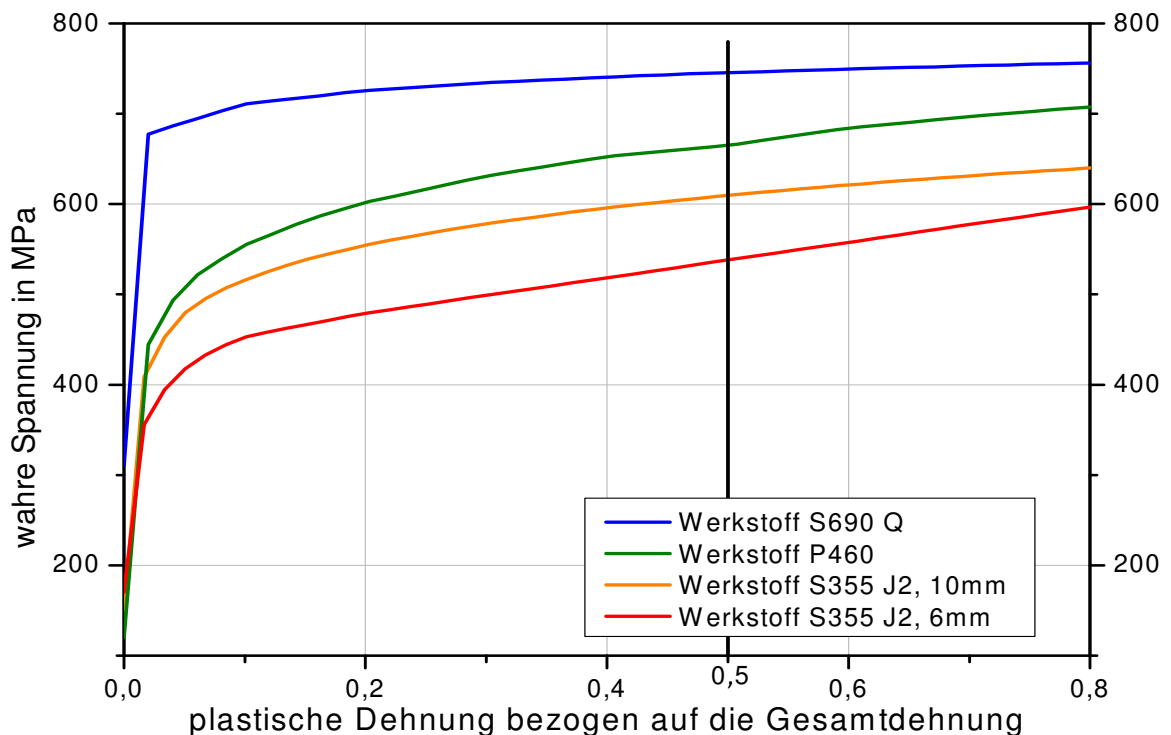


Bild 5-9: Für die FEM Simulation ermittelte Fließkurven für die Werkstoffe S690 Q, P460 und S355 J2 bei jeweils 450°C

Auf die Ermittlung von Fließkurven für den Werkstoff 42CrMo4 wurde verzichtet, da alle aus dem Werkstoff gefertigten U-Proben (normalisiert und vergütet) im langsamen und schnellen Zugversuch stets Brüche im linear elastischen Bereich aufwiesen. Der plastische Bereich wurde bei Verwendung dieser Proben bei keiner Versuchsart erreicht, weswegen die Ermittlung von Werkstoffgesetzen als Grundlage für die FEM Simulation nicht erforderlich ist. Die Fließkurven für die Werkstoffe S355 J2 (10mm), P460 und S690 Q wurden im Rahmen des Gemeinschaftsprojekts /IGF265ZBG/ an der RWTH Aachen generiert (Bild 5-9). Für den rechnerisch zu ermittelnden Zusammenhang von Probenaufweitung und plastischer Vergleichsdehnung ist der Bereich bis etwa 50% plastischer Dehnung (schwarze Linie im Bild 5-9) als ausreichend anzusehen.

Bild 5-10 zeigt beispielhaft die berechnete Last-Aufweitungskurve des Werkstoffs S355 J2 (6mm) im Vergleich zu der in der neutralen Salzsäure mit einer Abzugsgeschwindigkeit von $v_T=0,05\text{mm/sec}$ und $v_T=1,00\text{mm/sec}$ experimentell ermittelten Kurve. Bei der mit der höheren Abzugsgeschwindigkeit experimentell ermittelte Kurve werden aufgrund der Zeitabhängigkeit der plastischen Verformungsvorgänge (Verfestigung) im gesamten Fließbereich größere Belastungen erreicht als beim langsamen Zugversuch ($v_T=0,05\text{mm/sec}$). Die Dehnung entsteht bei beiden Versuchen ausschließlich durch die mechanische Beanspruchung unter Temperatureinfluss.

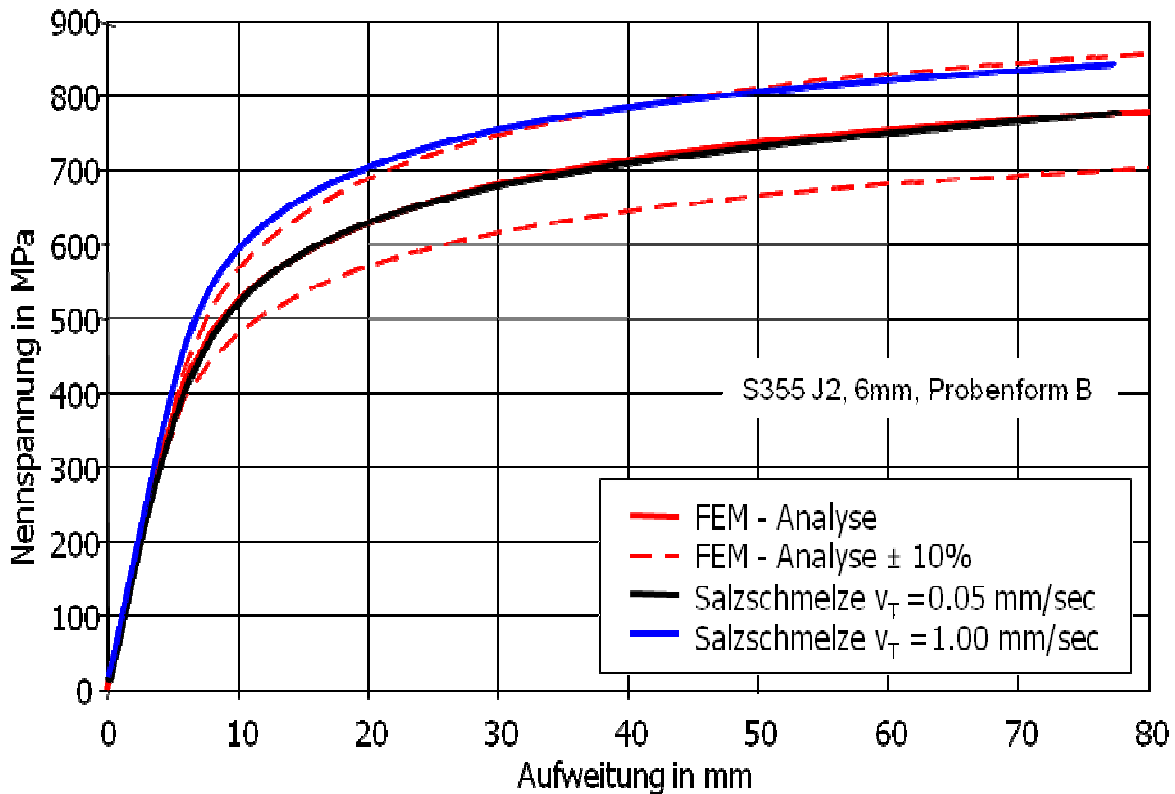


Bild 5-10: Vergleich zwischen Versuch (Salzsäure) und FEM Rechnung für den Werkstoff S355 J2 (6mm, Form B)

Zum Nachweis, dass der Zusammenhang zwischen der im Versuch messbaren Aufweitung der Probe in den Lastangriffspunkten und der Kerbdehnung in der Hauptsache geometrisch bestimmt ist, wurden zusätzliche Rechnungen mit einer jeweils um 10% höheren bzw. geringeren Festigkeit durchgeführt. Im Rahmen dieser Variationsrechnungen wurde die plastische Vergleichsdehnung in Abhängigkeit von der gemessenen Aufweitung für die ungekerbte Form A (siehe Abschnitt 3) und die gekerbte Form B berechnet. Dabei zeigt sich im **Bild 5-11**, dass der Einfluss des Werkstoffgesetzes zu vernachlässigen ist und der Geometrieinfluss dominiert. Die plastische Vergleichsdehnung wird in der Probenmitte bei einer Blechdicke von 3mm (Form A und B) betrachtet in der auch die metallografischen Untersuchungen am Schliff vorgenommen werden (siehe Bild 4-2).

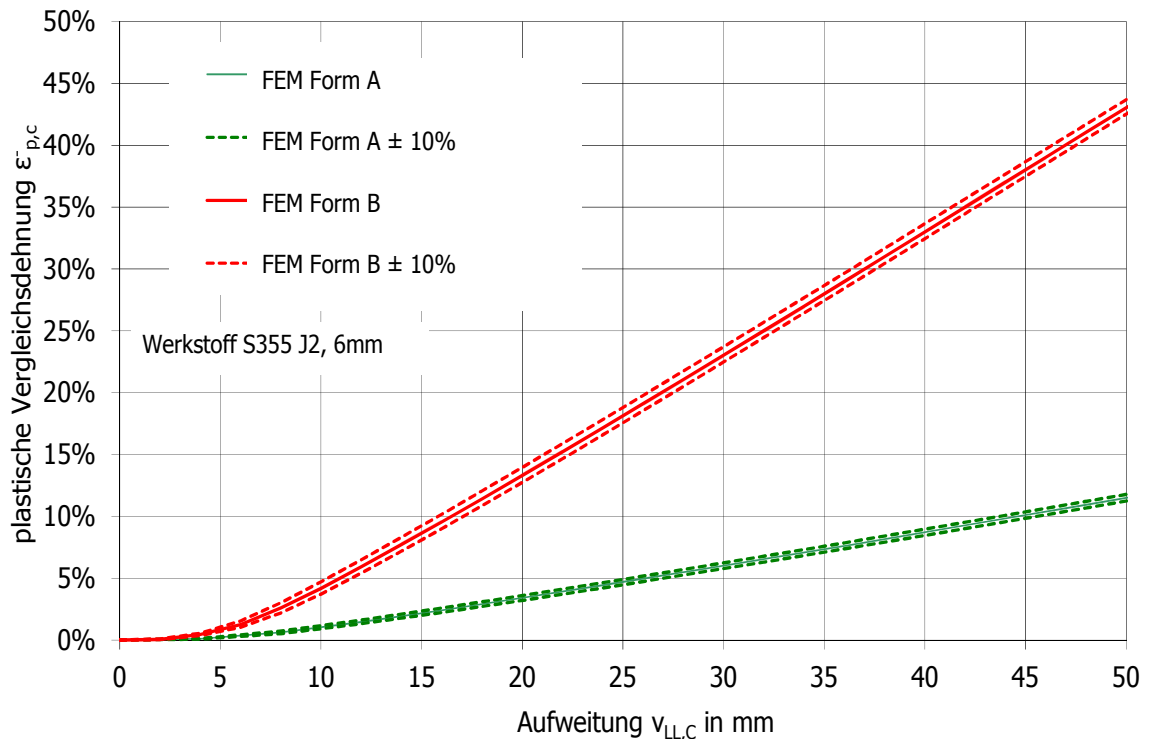


Bild 5-11: Zusammenhang zwischen Aufweitung $v_{LL,C}$ und plastischer Vergleichsdehnung $\epsilon_{p,c}$ für den Werkstoff S355 J2 (6mm Blech) und den Probenformen A und B

Im Warmzugversuch ergeben unterschiedliche Dehnraten für einen Werkstoff unterschiedliche Werkstoffgesetze. Da jedoch der Geometrieeinfluss dominiert und minimale Änderungen des Werkstoffgesetzes sich nicht signifikant auf den Zusammenhang zwischen Probenaufweitung und plastischer Vergleichsdehnung auswirken (siehe Bild 5-11), wurden unabhängig von Zug- und Zeitstandversuch (Dehnrates Zugversuch: 0,05%/sec bzw. 1,00%/sec, Dehnrates Zeitstandversuch: var.) jeweils die gleiche Umrechnungsfunktion für die Berechnung der plastischen Vergleichsdehnung aus der im Versuch gemessenen Aufweitung verwendet.

Im **Bild 5-12** sind für die Werkstoffe S355 J2 (6mm, Form D), S355 J2 (10mm), P460 und S690 Q die berechneten und die in der neutralen Salzsäure im Zugversuch bei einer Prüfgeschwindigkeit von 0,05mm/sec experimentell ermittelten Last-Aufweitungs Kurven gegenübergestellt. Aufgrund einer besseren Übersicht wurde auf die zusätzliche Darstellung des Werkstoffs S355 J2, 6mm und der Probenform B verzichtet (siehe hierzu Bild 5-10). Während die Übereinstimmung zwischen Versuch und Rechnung bei den Werkstoffen S355 J2 (6mm, Form D) und S355 J2 (10mm) sehr gut ist, weicht bei den Werkstoffen P460 und S690 Q die im Versuch aufgenommene Kurve deutlich von dem rechnerisch vorhergesagten Verlauf ab. Im Rahmen des Projekts /IGF265ZBG/ konnte die Ursache hierfür auch nach erneuter Auswertung der Rohdaten der Warmzugversuche abschließend nicht geklärt werden.

Allerdings wirken sich diese Abweichungen auf die plastische Vergleichsdehnung nur bedingt aus, da der Zusammenhang zwischen Aufweitung und plastischer Vergleichsdehnung -wie vorher gezeigt wurde- in erster Linie von der verwendeten Geometrie abhängt und weniger vom Werkstoffgesetz (Bild 5-11). Grundlage der Umrechnung von gemessener Aufweitung und plastischer Vergleichsdehnung bilden die durch die FEM Simulation ermittelten Zusammenhänge (**Bild 5-13**). Dabei wird ersichtlich, dass die Kurve des Werkstoffs S690 Q einen von den

anderen Werkstoffen abweichenden Verlauf annimmt. Der Grund hierfür liegt in einer unsymmetrischen plastischen Verformung des Werkstoffs. In dem frühen Versuchsstadium (geringe Aufweitung) plastifiziert zunächst der Bereich in der Kerbe, während der der Kerbe gegenüberliegende Bereich erst später (bei höheren Aufweitungen) zu plastifizieren beginnt.

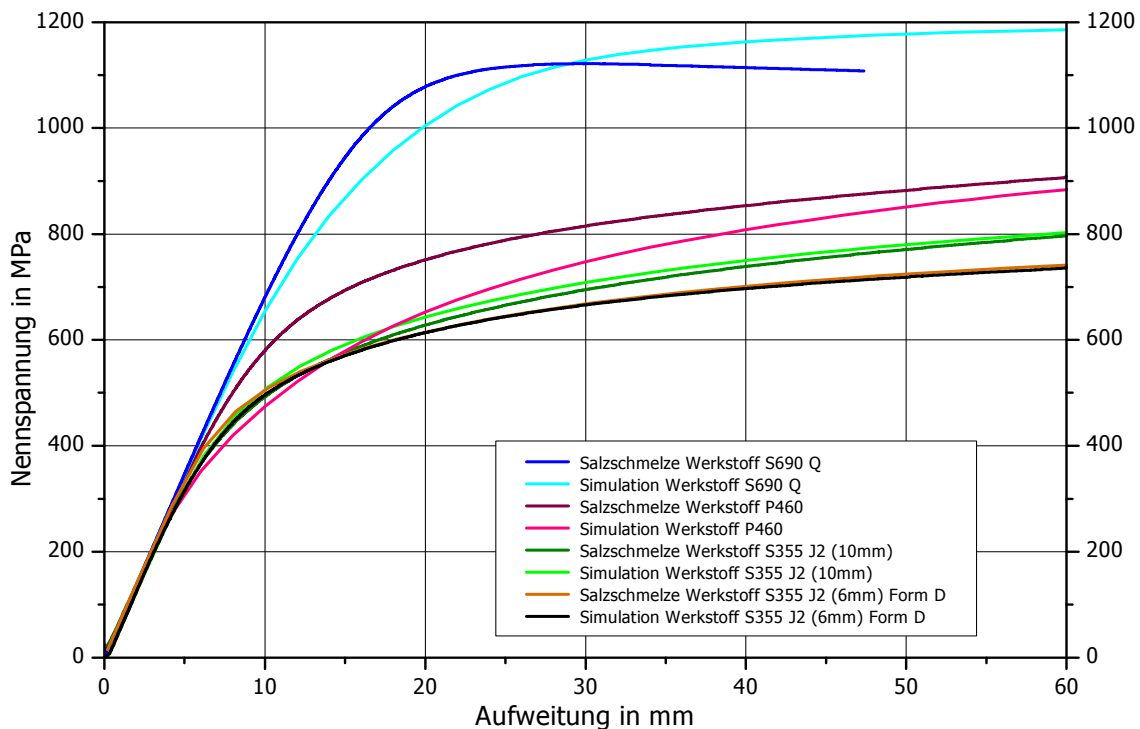


Bild 5-12: Vergleich zwischen Versuch (Salzschmelze) und FEM Rechnung für die Werkstoffe S355 J2 (6mm, Form D), S355 J2 (10mm), P460 und S690 Q

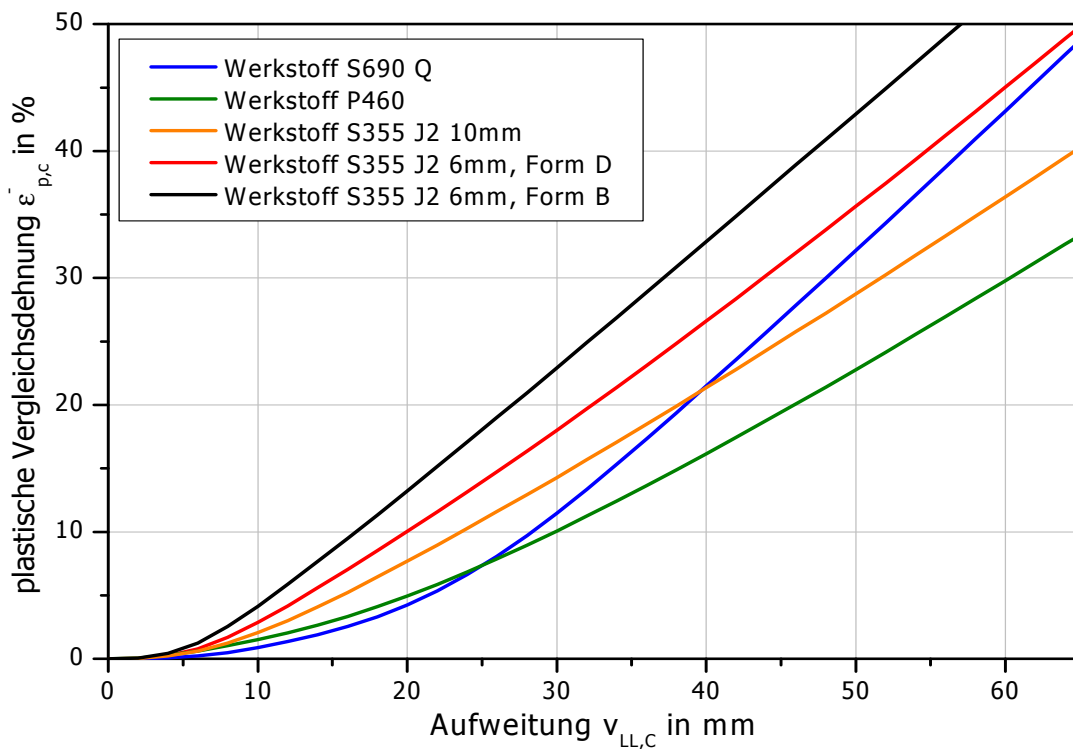


Bild 5-13: Zusammenhang zwischen Aufweitung $v_{LL,C}$ und plastischer Vergleichsdehnung $\bar{\epsilon}_{p,c}$ für die Werkstoffe S355 J2 (6mm, Form B und D und 10mm), P460 und S690 Q

5.7 Zusammenhang zwischen experimentell gemessener Aufweitung und der Rissaufweitung im Kerbgrund

Die in den Versuchen experimentell gemessenen Aufweitungen (Traversenwege) in den Kraftaufnehmern der Probe geben noch keine Informationen über die Anzahl und Beschaffenheit der Risse im Kerbgrund. Metallografische Untersuchungen am Schliff und im Rasterelektronenmikroskop werden hier zur Klärung unterstützend herangezogen. Einfache geometrische Überlegungen (Strahlensatz) kommen zu dem Ergebnis, dass eine gemessene Aufweitung von 2,5mm Traversenweg bei der Probenform D einer Aufweitung am Kerbgrund von 96µm entspricht. Der angenommene Drehpunkt liegt dabei in der neutralen Faser bei einer Ligamenttiefe von 9mm bei der Probenform D (**Bild 5-14**).

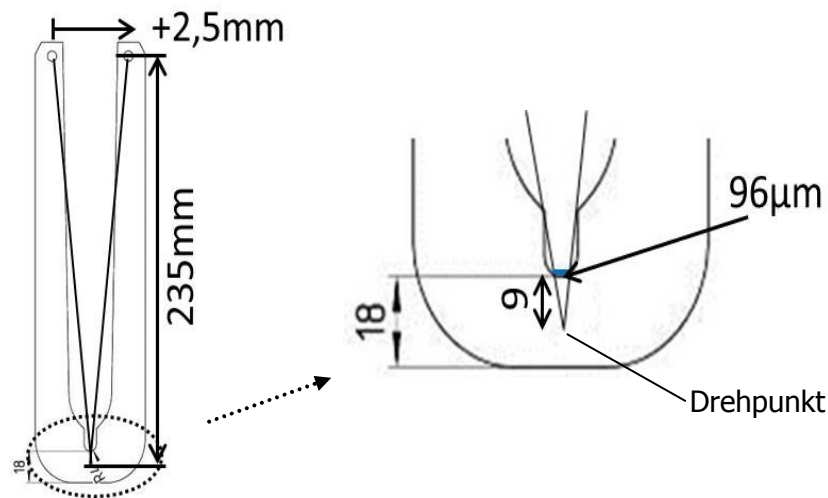


Bild 5-14: Geometrische Überlegungen zur Aufweitung im Kerbgrund für einen hochfesten Werkstoff und kurzer Versuchsdauer ohne das Auftreten einer Rissabstumpfung

Dieser Fall stellt sich bei Versuchen mit einem (hoch)festen Werkstoff und kurzer Versuchsdauer ein, sodass eine Rissabstumpfung nicht eintritt und eine Korrektur der um die Mikrorissbildung zusätzlichen Aufweitung entfällt (siehe Abschnitt 6).

Bei niedrigfesten Werkstoffen ($\approx \leq S355$), längeren Versuchsdauern ($\approx \geq 15\text{min}$) und niedrig legierten (milden) Schmelzen ($\approx \leq 0,5\%$ Gesamtgehalt an Legierungselementen) besteht hingegen die Möglichkeit der Rissabstumpfung. Der Riss im Kerbgrund ist dabei weiter geöffnet, als die Tiefe/Länge des Risses vermuten lässt. Für diese Fälle lässt sich mittels der FEM Simulation der Beitrag der Rissaufweitung im Kerbgrund zu der experimentell gemessenen Gesamtaufweitung und die dadurch bedingte Verschiebung der ermittelten maximalen Nennspannung hin zu höheren Aufweitungen errechnen. **Bild 5-15** zeigt beispielhaft für den Werkstoff S355 J2 (6mm, Form D) die Rissaufweitung im Kerbgrund in Abhängigkeit zur experimentell gemessenen Aufweitung bei drei verschiedenen Risslängen. Aus Gründen der Zweckmäßigkeit erfolgen die Berechnungen durchgängig für den Fall eines einzelnen Risses. Dabei wird deutlich, dass bei einer Verdreifachung der Risslänge die Rissaufweitung im Kerbgrund nahezu verdoppelt wird.

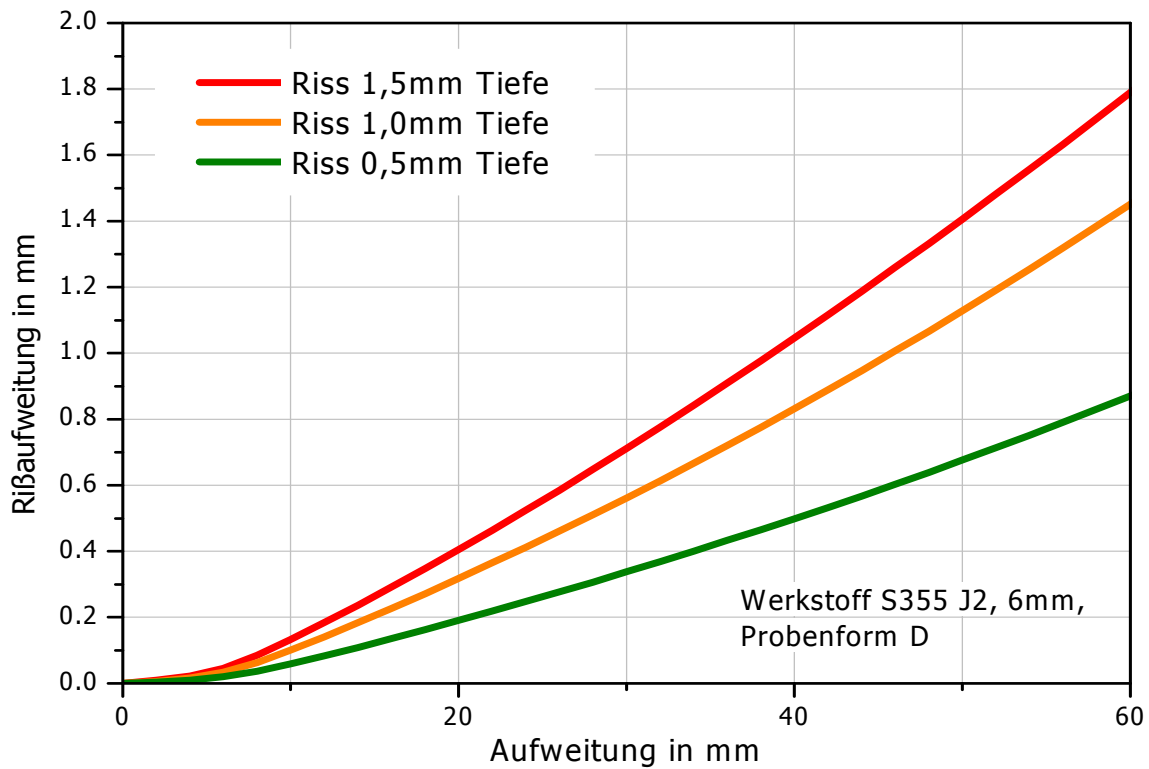


Bild 5-15: Zusammenhang zwischen experimentell gemessener Aufweitung an den Probenaufnehmern (Traversenweg) zur Rißaufweitung im Kerbgrund für drei verschiedene Risslängen

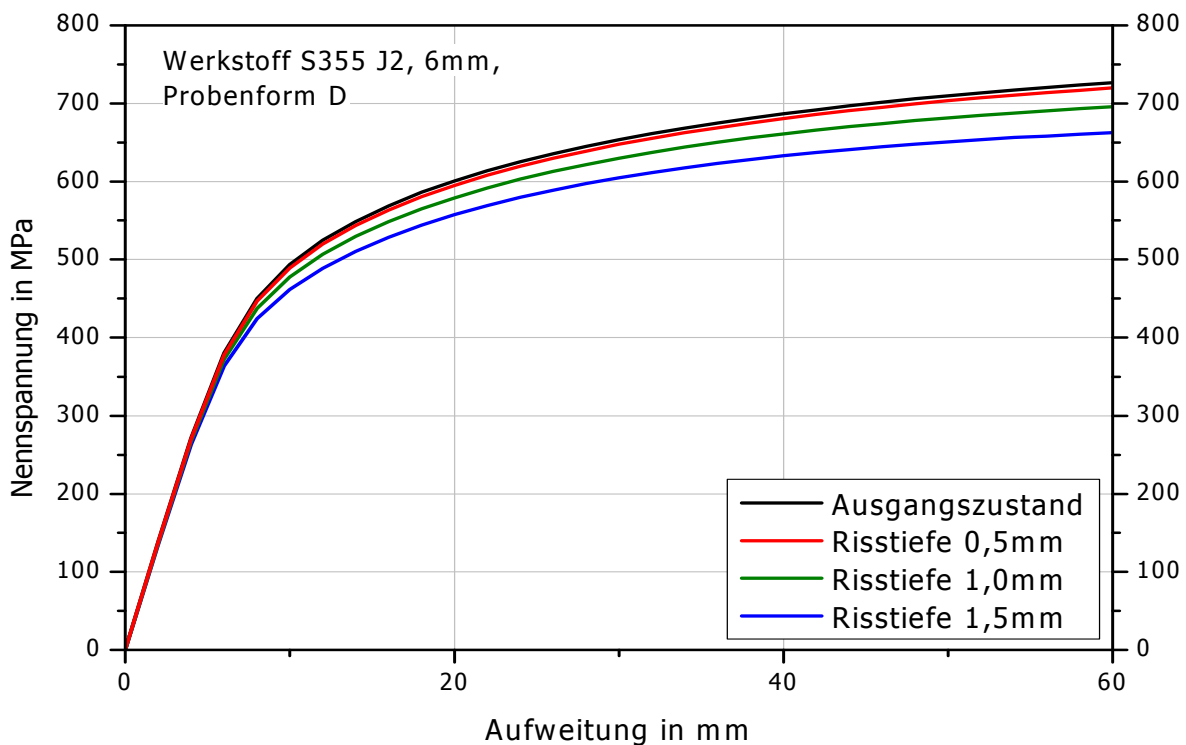


Bild 5-16: Zusammenhang zwischen experimentell ermittelter Aufweitung und anliegender Nennspannung für drei verschiedene Risslängen

Den Zusammenhang zwischen experimentell ermittelter Aufweitung und der anliegenden Nennspannung bei den drei verschiedenen Risslängen im Kerbgrund verdeutlicht **Bild 5-16**. Es zeigt sich, dass eine Risstiefe von 0,5mm praktisch keine Auswirkungen auf die experimentell ermittelte Aufweitung hat. Erst ab Risslängen von etwa 1mm nimmt die Verschiebung der anliegenden Nennspannung zu höheren Aufweitungen hin zu.

Die angeführten Überlegungen und Berechnungen bestätigen den Einfluss der Rissabstumpfung auf die gemessene Aufweitung. Eine Korrektur der um die Mikrorissbildung überhöhten Dehnungen ist unter den genannten Voraussetzungen unumgänglich.

5.8 Zusammenfassung der Abschnitte 3 bis 5

Bei der Feuerverzinkung von Bauteilen aus Stahl besteht unter bestimmten Bedingungen die Gefahr der LMAC Rissbildung, die im Wesentlichen auf die drei Einflussgrößen Werkstoffzustand - Beanspruchung - Zinkschmelze zurückzuführen ist. Mit Hilfe geeigneter Versuchsanordnungen (Flachproben, U-Proben) hat die in Abschnitt 3 beschriebene Vorgehensweise das Ziel, die bei der Rissbildung dominierenden Parameter zunächst separat und anschließend in Kombination miteinander zu untersuchen. Die Flachproben aus dem Werkstoff S355, 6 mm liegen in den drei Bearbeitungszuständen „gefräst“, „poliert“ und „poliert und spannungsarm gegläht“ vor, wobei sich die „poliert und spannungsarm“ geglähte Variante für die weiteren Untersuchungen als geeignet erwies. Für die kombinierten Untersuchungen der Einflussgrößen sind U-Proben vorgesehen, die in drei unterschiedlichen Probengeometrien (Probenformen) zur Verfügung stehen. Die Probenformen „ungekerbt“ (Form A), „mild gekerbt“ (Form B), „grob gekerbt“ (Form D) bilden die Stellen ab, an denen am Bauteil in der Praxis Verzinkungsschäden auftreten können. Wesentlich für die grob gekerbte Form D ist die Vergleichbarkeit des auf die maximale Kerbspannung bezogenen Axialspannungsverlaufs zur Probenform LNT für kleine Ligamenttiefen.

Um die im Stahlbau verwendeten (feuerverzinkten) Baustähle zu berücksichtigen, kommen die Werkstoffe S355 J2, 42CrMo4, P460 und S690 Q zum Einsatz, wobei aus Kapazitätsgründen nicht alle Probenformen aus allen Werkstoffen hergestellt wurden.

Die Zusammensetzungen der Zinkschmelzen orientiert sich zum einen an den in der Praxis verwendeten Zinkschmelzen, zum anderen sollte der Einfluss einer systematischen Erhöhung der Legierungsgehalte Blei, Zinn und Wismuth untersucht werden.

Zusätzlich kommt eine neutrale Salzsäure zum Einsatz, mit der der Wärmeeinfluss auf die Versuchsergebnisse separat analysiert wird (Referenzzustand).

Zur Abbildung der beim Feuerverzinken vorliegenden Beanspruchungszustände können mit der beschriebenen Belastungsvorrichtung verschiedene Last-Zeit Verläufe realisiert werden. Dabei kommen vor allem dem Zug- und dem Zeitstandversuch eine tragende Rolle zu. Der Zugversuch wird mit zwei Aufweitungsgeschwindigkeiten durchgeführt, da sich herausgestellt hat, dass die Wahl der Beanspruchungsgeschwindigkeit von wesentlicher Bedeutung für das Ergebnis ist. Bei der Auswertung des Zugversuchs ist zu beachten, dass die in den Spannungsmaxima ermittelten Aufweitungen um eine Mikrorissbildung überhöht sind und entsprechend korrigiert werden müssen. Eine Korrektur der Aufweitungen erfolgt durch Transfer des maximalen Spannungswertes (Zinkschmelze) auf die Salzsäure, wobei die Aufweitung, die eine Probe in

der Salzschnmelze bei dem Spannungswert (rissfrei) erreichen würde, dann maßgeblich ist. Auch beim Zeitstandversuch sind die gemessenen Aufweitungen um die Mikrorissbildung überhöht. Hier allerdings erfolgt eine Korrektur über die in der Salzschnmelze bei 800sec Tauchdauer ermittelten Aufweitungen der bei den verschiedenen Nennspannungen aufgenommenen Lastkurven.

Um die für die weiteren Berechnungen erforderlichen Dehnungen zu ermitteln, werden mit Hilfe von Warmzugversuchen Werkstoffgesetze hergeleitet. Über FEM Rechnungen zu den örtlichen Dehnungen in den Kerben der jeweiligen Probenformen wird der Zusammenhang zwischen den Aufweitungen in den Probenaufnehmern und der plastischen Vergleichsdehnung in der jeweiligen Probenmitte hergestellt. In dem Zusammenhang zeigt eine mittels der FEM durchgeführten Sensitivitätsanalyse, dass ein um $\pm 10\%$ variiertes Werkstoffgesetz kaum Einfluss auf die plastische Dehnung hat und der Zusammenhang zwischen Aufweitung und plastischer Dehnung in erster Linie geometrieabhängig ist. Daher darf im Rahmen der durchgeführten Untersuchungen für den jeweiligen Werkstoff ungeachtet der Versuchsführung (Zug- und Zeitstandversuch) und ungeachtet der Beanspruchungsgeschwindigkeit dasselbe Werkstoffgesetz verwendet werden.

Insbesondere bei duktilen Wertstoffzuständen und niedriglegierten Schnmelzen besteht die Möglichkeit der Rissabstumpfung, sodass eine Korrektur der um die Mikrorissbildung erhöhten Aufweitungen erforderlich wird. Dazu kann mittels der FEM Rechnung ein Zusammenhang zwischen der im Versuch gemessenen Probenaufweitung und der tatsächlichen Rissöffnung im Kerbgrund hergestellt werden. Dabei zeigte sich, dass ein Riss bis zu einer Tiefe von rund 0,5mm praktisch keine Auswirkungen auf die experimentell ermittelte Aufweitung hat. Erst bei größeren Rissen ab etwa 1mm Tiefe nimmt die Verschiebung der anliegenden Nennspannung zu höheren Aufweitungen hin, zu.

6 Ergebnisse aus den Versuchen

In den folgenden Abschnitten erfolgt die Ergebnisdarstellung unter Berücksichtigung der in Abschnitt 2 diskutierten Einflussgrößen Beanspruchung - Werkstoff - Zinkschmelze. Gemäß der in Abschnitt 3 beschriebenen Vorgehensweise werden im Teilabschnitt 6.1 die Ergebnisse an den verzinkten Flachproben mit und ohne einer Auslagerung dargestellt. Im Teilabschnitt 6.2 folgen die Ergebnisse an den in den Zug- und Zeitstandversuchen geprüften U-Proben. Die aus den Versuchen ermittelten Aufweitungen werden in Dehnungen umgerechnet und in Abhängigkeit von Versuchsführung, verwendeter Zinkschmelze, Werkstoff und Probenform im Teilabschnitt 6.3 dargestellt. Im Anschluss dazu werden im Teilabschnitt 6.4 die hauptsächlich infolge der Versuchsführung entstandenen Messunsicherheiten hinterfragt und bewertet. Kaltverformte und damit eigenspannungsbehaftete Bauteile sind nach Abschnitt 2 für eine LMAC Schädigung besonders anfällig. Die Versuche mit vorpräparierten und eigenspannungsbehafteten Proben werden daher im Teilabschnitt 6.5 gesondert diskutiert. Vor dem Hintergrund des in der DAST Richtlinie 022 vorgestellten und auf Dehnungen basierenden Bemessungskonzepts werden die aus den Versuchen ermittelten Ergebnisse im Teilabschnitt 6.6 dargestellt. Dabei steht die Übertragbarkeit der mit unterschiedlichen Probenformen und Werkstoffen erzielten Ergebnisse auf beliebige Bauteile im Kernpunkt der Betrachtung.

6.1 Einfluss der Zinkschmelze ohne überlagerte Beanspruchung unter Verwendung von Flachproben

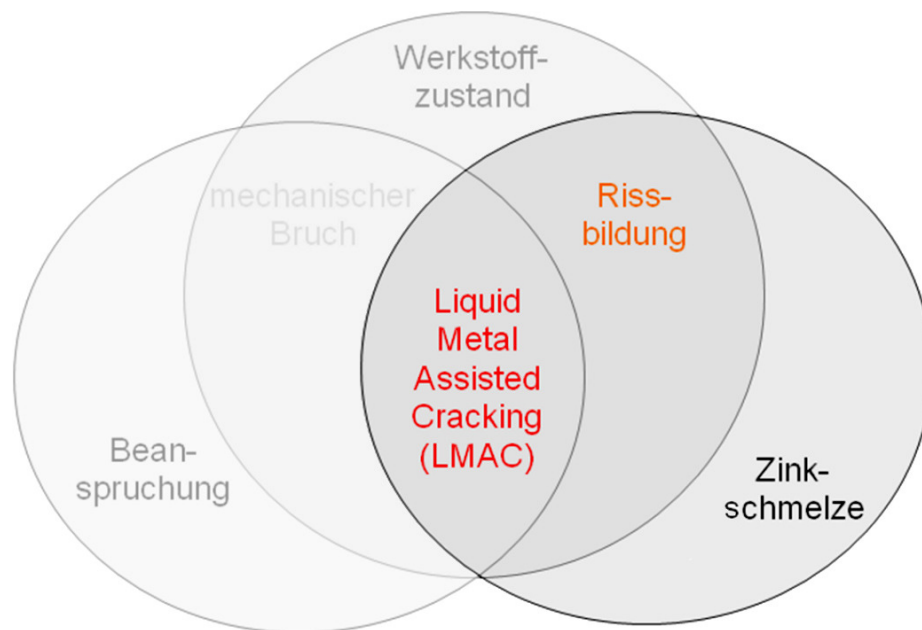


Bild 6-1: Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung (Liquid Metal Assisted Cracking - LMAC) mit dem Schwerpunkt auf der Zinkschmelze und dem Werkstoffzustand

6.1.1 Lastfrei verzinkt

In der gängigen Literatur (siehe Abschnitt 2) und bei den in der Arbeit diskutierten Untersuchungen wird von einem diffusions- und beanspruchungsgesteuerten Schadensmechanismus ausgegangen. Dabei dringen Atome aus der flüssigen Zinkschmelze entlang der Korngrenzen in das Grundmaterial ein, schwächen den Korngrenzenverbund und lösen in Kombination mit einer Zugbeanspruchung den Riss aus. Um entsprechend **Bild 6-1** den alleinigen Einfluss der Zinkschmelze ohne äußere oder innere Beanspruchungen auf den Werkstoffzustand zu untersuchen, wurden die nach dem Bearbeitungszustand 3 (gefräst, poliert und spannungsarm gegläht, siehe Abschnitt 5) hergestellten Flachproben des Werkstoffs S355 J2, 6mm (Abmessungen der Proben siehe Abschnitt 5.1) für 15sec, 15min und 24h in den Schmelzen S0 (Reinzink) und S9a (1% Blei und 1% Zinn) lastfrei verzinkt. Die Abmessungen der Flachproben sind so gewählt, dass innere Spannungen, die durch Wärmedehnungen aufgrund des Eintauchens in die heiße Schmelze hervorgerufen werden könnten, hier praktisch nicht vorkommen.

Anschließend wurden beispielhaft jeweils eine Probe metallografisch am Querschliff (siehe Abschnitt 4.3) untersucht (**Bild 6-2**). Nach einer Verzinkungsdauer von jeweils 15sec und 15min zeigten sich weder im reinen Zink noch in der Schmelze S9a Risse im Grundmaterial. Erst nach einer für die betriebliche Praxis unrealistischen Einwirkzeit von 24h zeigten sich bei in beiden Schmelzen verzinkten Proben Anfangsdefekte in der Größenordnung von ein bis zwei Kornlagen. Vereinzelt auftretende Risse in der Zinkschicht sind für eine Feuerverzinkung nicht ungewöhnlich und kein Qualitätsmerkmal. Sie sind daher unkritisch zu bewerten.

Die Ergebnisse für den gewählten Werkstoff aus Abschnitt 5.5 (Mikrorissbildung) zeigen, dass Anrisse in der Größenordnung von mehreren Mikrometern die Tragfähigkeit der Probe nicht signifikant beeinträchtigen. Eine lastfreie Auslagerung von mehr als 24h in der Zinkschmelze ohne eine Zugbeanspruchung ist für eine Rissbildung daher nicht relevant. Dennoch ist festzustellen, dass offenbar korngrenzenschädigende Elemente in das Grundmaterial eindiffundieren, infolge dessen der Korngrenzenverbund gelockert wird.

6.1.2 Lastfrei verzinkt mit einer Auslagerung im Vierpunkt Biegeversuch unter erhöhter Temperatur

Im zweiten Versuchsteil wurden die polierten und spannungsarm geglähten Flachproben des Werkstoffs S355 J2, 6mm (Abmessungen der Proben siehe Abschnitt 5.1) in den Zinkschmelzen S0 und S9a für rund 15min verzinkt und anschließend unter einer nahe der Schmelztemperatur von Zink liegenden Temperatur (415°C) für rund 40h einem Vierpunkt Biegeversuch ausgesetzt. Die angelegte Nennspannung betrug über die gesamte Versuchszeit 480MPa. Die dazu verwendete Vorrichtung ist im Bild 5-4 zu sehen.

Die an einer exemplarischen Probe durchgeführte metallografische Auswertung am Querschliff (siehe Abschnitt 4.3) weist auf der Biegedruckseite sowie im aus dem Randbereich der Probe entnommenen biegeneutralen Bereich keine Schädigungen auf (**Bild 6-3**). Auf der Biegezugseite sind von der Substratoberfläche ausgehende Schädigungen (Anfangsdefekte) erkennbar, die bei der in der hochlegierten Schmelze mit 1% Blei- und 1% Zinnanteil verzinkten Probe tendenziell deutlicher ausfallen als bei der in der Reinzinkschmelze verzinkten Probe.

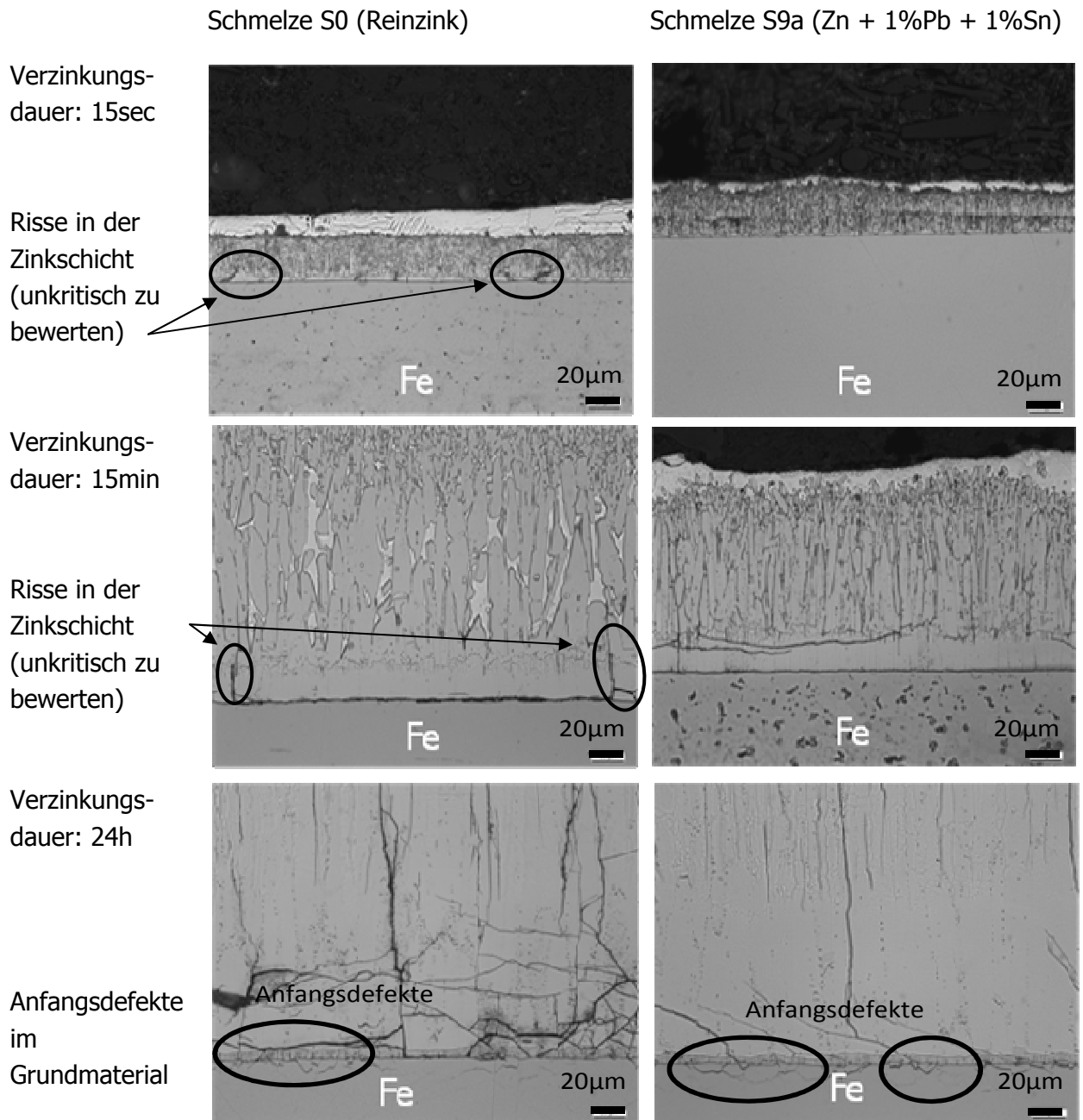


Bild 6-2: Unterschiedlich lang verzinkte Flachproben ohne überlagerte äußere Beanspruchung mit Anfangsdefekten nach einer Verzinkungsdauer von 24h

Das bedeutet zum einen, dass sich auch bei einer Temperatur die (knapp) unterhalb der Schmelztemperatur von Zink liegt, Schädigungen einstellen, die auf Diffusion korngrenzenschädigender Elemente zurückgeführt werden können. Zum anderen zeigt das Ergebnis ein offenbar höheres LMAC Gefährdungspotenzial der hochlegierten Schmelze S9a.

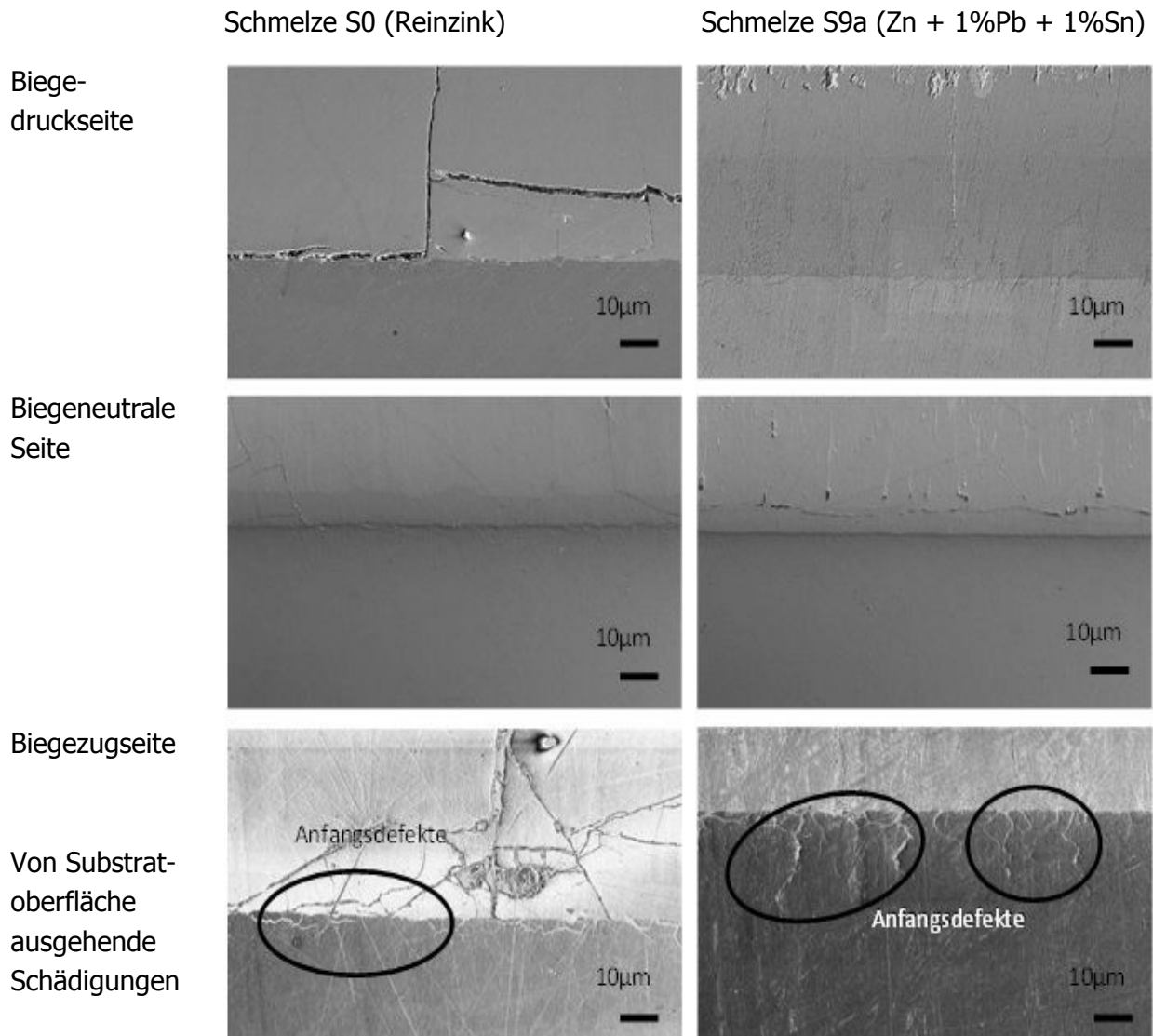


Bild 6-3: Im REM untersuchte Schlißproben, die im Vierpunkt Biegeversuch bei 480MPa und 415°C geprüft wurden mit Anfangsdefekten auf der Biegezugseite

Die unterhalb der Schmelztemperatur von flüssigem Metall (hier: Zinkschmelze) stattfindenden Diffusionsvorgänge mit Schwächung der Korngrenzen werden auch als Solid Metal Embrittlement (SME) bezeichnet /STO1978/. Für eine Verzinkerei als Anwender ist der Sachverhalt insofern von Bedeutung, da hier frisch feuerverzinkte Teile direkt neben- bzw. übereinander liegen, wodurch eine hinreichende Wärmeabfuhr im Einzelfall nur bedingt gegeben ist. Bei zusätzlich bestehenden Spannungen im Bauteil könnten in der Praxis somit aufgrund der hohen Temperatur und den damit verbundenen Diffusionsprozessen auch nach dem Verzinkungsvorgang zumindest Anfangsschädigungen im Material auftreten, die in einer späteren Betriebssituation kritisch werden könnten.

6.2 Einfluss der Zinkschmelze mit überlagerter Beanspruchung unter Verwendung von U-Proben

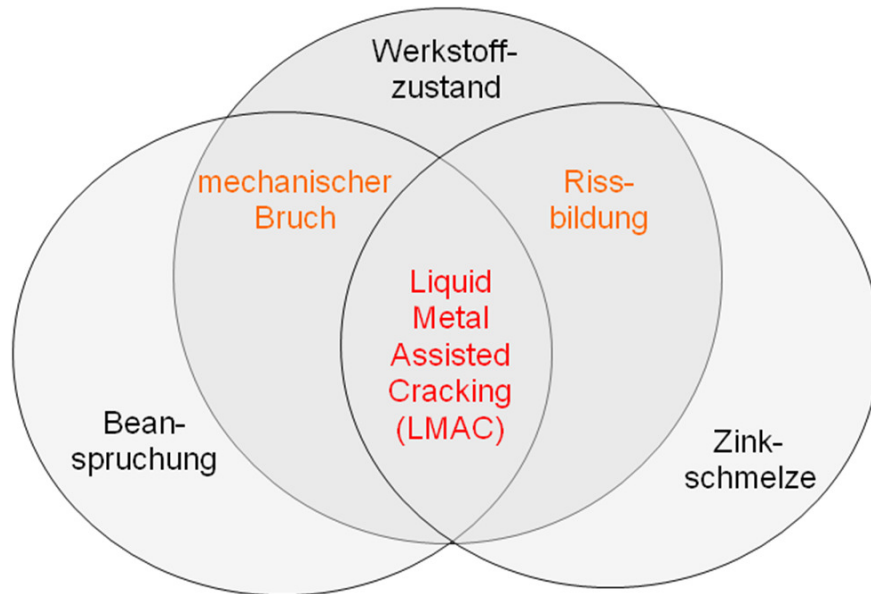


Bild 6-4: Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung (Liquid Metal Assisted Cracking - LMAC) mit dem Schwerpunkt der kritischen Überlagerung von Werkstoff(zustand) - Zinkschmelze - Beanspruchung

In dem Abschnitt werden entsprechend **Bild 6-4** die kombinierte kritische Überlagerung von Beanspruchung, Werkstoff und Zinkschmelze untersucht. Die aus unterschiedlichen Probenformen und Werkstoffen bestehenden U-Proben wurden in den vorangegangenen Abschnitten bereits dargestellt. Die verschiedenen für die nachfolgenden Betrachtungen wesentlichen Werkstoff - Probenform - Versuchsführung und Zinkschmelzenvariationen sind in der Übersicht im **Bild 6-5** gezeigt. Proben des Werkstoffs S355 J2 gibt es in einer 6mm und einer 10mm Variante. Aus der 6mm Charge wurden Proben mit den Probenformen B und D gefertigt. Aus dem 10mm Blech des Werkstoffs S355 J2 wurden lediglich Proben der Form D hergestellt. Die Werkstoffe P460 und S690 Q kommen ausschließlich als 10mm Proben der Probenform D zum Einsatz.

Die wesentlichen Eigenschaften der hier relevanten Probenformen B und D sind zwecks einer besseren Veranschaulichung im **Bild 6-6** zusammengefasst (siehe auch Bild 3-3 und Tabelle 3-3).

Die Zugversuche sind jeweils unterteilt in Zugversuche langsam (TL) und schnell (TS) und werden im Abschnitt 6.2.1 diskutiert, die Zeitstandversuche (C) sind im Abschnitt 6.2.3 dargestellt. Die für die nachfolgenden Abschnitten wichtigen Schmelzen sind mit ihren Gehalten an Legierungselementen in der **Tabelle 6-1** aufgelistet. Eine Gesamtbetrachtung aller in der Tabelle 3-5 gelisteten Schmelzen wird unter dem Aspekt des Einflusses der einzelnen Legierungselemente im Abschnitt 6.2.5 diskutiert.

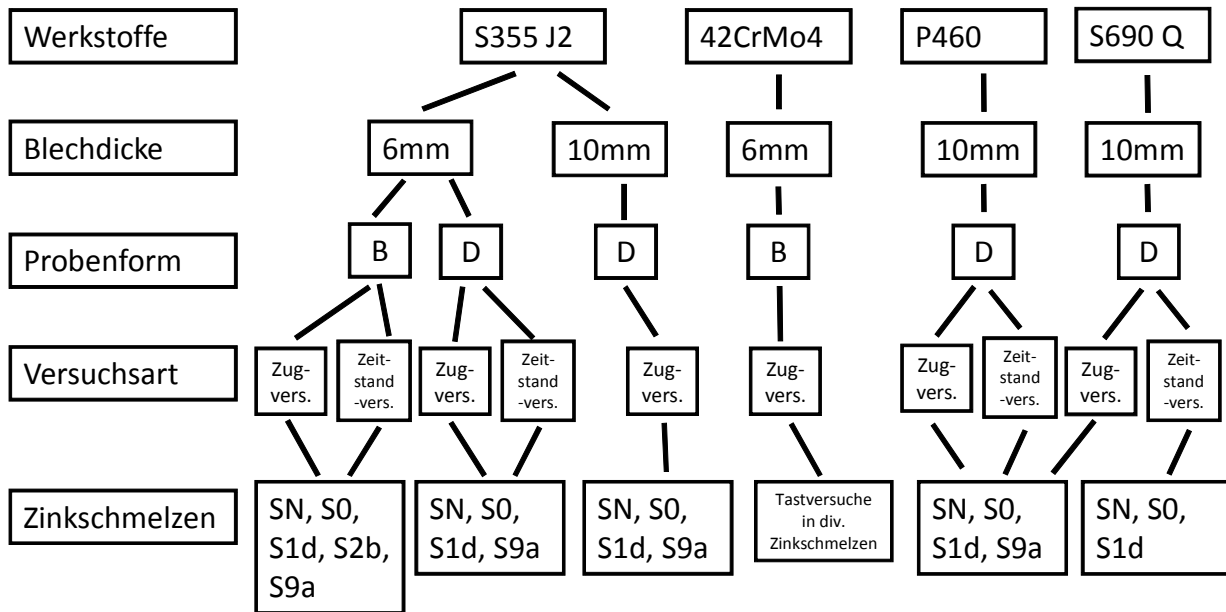
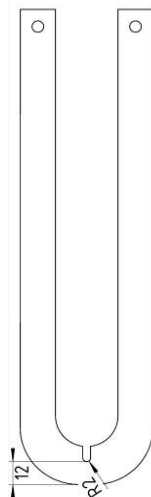


Bild 6-5: Übersicht über die im Abschnitt 6.2 dargestellten Werkstoff-Probenform-Beanspruchungsarten und Zinkschmelzenvariationen

Probenform B

Hebelarm	235mm
Ligamenttiefe	12mm
Kerbradius	2mm
Kerbtiefe	6mm
Formzahl	2,1
Bezogener Spannungsgradient	0,99mm ⁻¹



Probenform D

Hebelarm	235mm
Ligamenttiefe	18mm
Kerbradius	4mm
Kerbtiefe	9mm
Formzahl	1,8
Bezogener Spannungsgradient	0,49mm ⁻¹

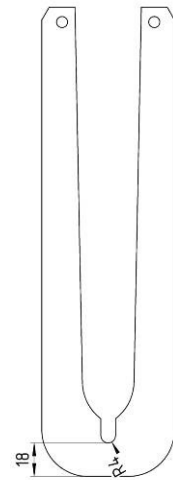


Bild 6-6: Übersicht der Probenformen B und D mit den jeweils wichtigsten Eigenschaften

Tabelle 6-1: Gehalte der schwerpunktmäßig diskutierten Zinkschmelzen in % (gemäß Tabelle 3-5)

	Blei (Pb)	Zinn (Sn)	Wismuth (Bi)
SN (Salzschmelze)	---	---	---
S0 (Reinzink)	---	---	---
S1d	0,81	---	---
S2b (nur S355 J2, 6mm, Form B)	---	0,29	---
S9a	1,00	1,01	---

6.2.1 Auswertung der Zugversuche

Die Ergebnisse der mit den U-Proben durchgeführten Zugversuche werden im Folgenden in Form von Belastungs-Aufweitungs Diagrammen mit den Mittelwertskurven aus jeweils drei bis fünf Einzelversuchen dargestellt. Dabei werden die Auswirkungen der Legierungselemente für die jeweiligen Werkstoffe und die jeweils gewählten Aufweitungsgeschwindigkeiten getrennt diskutiert. In den Darstellungen zeigt das obere Bild jeweils die Ergebnisse für den langsamen Zugversuch TL mit einer Aufweitungsgeschwindigkeit von 0,05mm/sec (entsprechend einer Dehnrates von $5 \cdot 10^{-4}$ /sec) und das untere Teilbild die für den schnellen Zugversuch TS mit einer Aufweitungsgeschwindigkeit von 1,00mm/sec (entsprechend einer Dehnrates von $1 \cdot 10^{-2}$ /sec). Da nicht alle Werkstoffe in allen Schmelzen geprüft wurden, wurde bei den Untersuchungen der Schwerpunkt auf die in der Tabelle 6-1 dargestellten Schmelzen gelegt. Die Ergebnisse aller mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form B umfassend durchgeführten Zugversuche sind im Anhang in den **Bildern 10-11 bis 10-20** zu finden. Im Rahmen einer Sensitivitätsanalyse werden im Abschnitt 6.4 anhand der im Reinzink durchgeführten Zugversuche die Auswirkungen von Streuungen der Versuchsführung diskutiert und bewertet. Die generelle Vorgehensweise bei den Zugversuchen ist in der Übersicht im **Bild 6-7** dargestellt. Die Umrechnung der Aufweitungen in plastische Dehnungen erfolgt im Abschnitt 6.3.

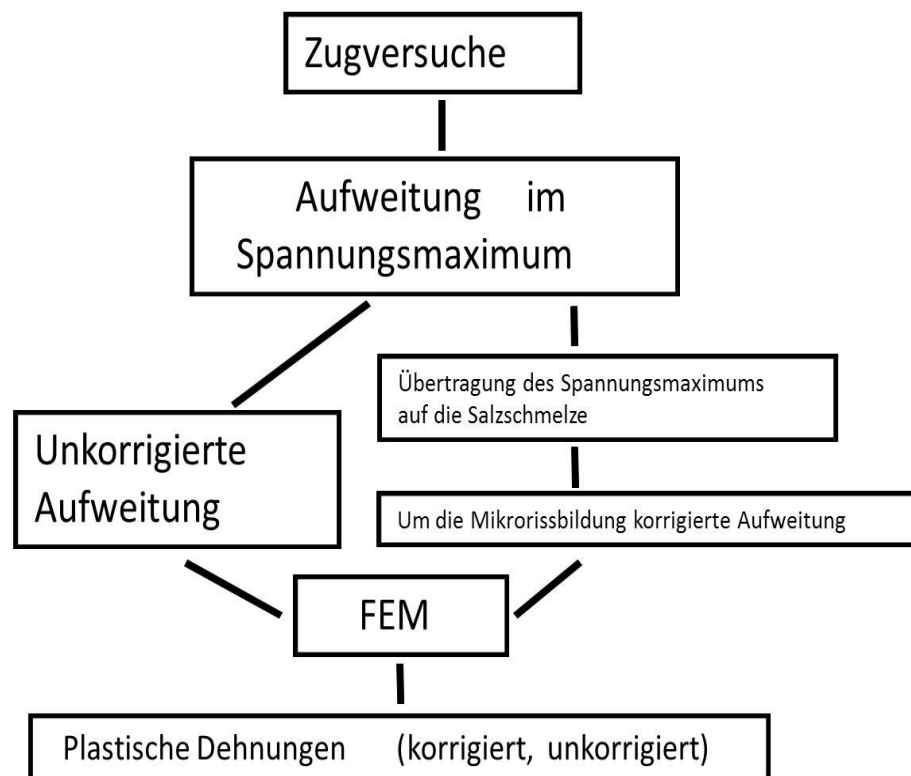


Bild 6-7: Generelle Vorgehensweise bei der Auswertung der Zugversuche

Im Folgenden werden die Belastungs-Aufweitungs Diagramme diskutiert und im Abschnitt 6.2.2 werden die Ergebnisse der metallografischen Charakterisierungen der geprüften Proben dargestellt. Die Versuche in der neutralen Schmelze SN und der Reinzinkschmelze S0 dienen jeweils als Referenzversuche. Generell konnten in der Salzschmelze SN bei keiner der beiden Aufweitungsgeschwindigkeiten Risse erzeugt werden. Die Dehnung entsteht hier ausschließlich durch die mechanische Beanspruchung unter Temperatureinfluss. Im schnellen Zugversuch TS werden aufgrund der Zeitabhängigkeit der plastischen Verformungsvorgänge (Verfestigung) im gesamten Fließbereich systematisch größere Nennspannungen erreicht als beim langsamen Zugversuch TL.

Beim Vergleich der Ergebnisse der Salzschmelze mit denen der Schmelze S0 (Reinzink) wird bei Betrachtung aller im folgenden dargestellten Bilder ersichtlich, dass bei vorgegebener Nennspannung die Unterschiede in den Aufweitungen $v_{LL,C}$ bei der Versuchsführung TS größer sind als bei der Versuchsführung TL. Wie später gezeigt wird, ist vor allem unter Verwendung niedrig legierter Schmelzen bei beiden Versuchsgeschwindigkeiten die Aufweitung gegenüber der jeweiligen zugeordneten Kurve in der Salzschmelze aufgrund der im Abschnitt 5.5 beschriebenen Mikrorissbildung erhöht.

Die **Bilder 6-8** (Versuchsreihe TL) und **6-9** (Versuchsreihe TS) zeigen die Ergebnisse für den Werkstoff S355 J2, 6mm, Form B. Zusätzlich wurde hier beispielhaft die Schmelze S2b (Zink mit 0,29% Zinn) mit aufgeführt, um den Einfluss des Legierungselements Zinn darzustellen.

Im Bild 6-8 wird deutlich, dass im Vergleich zur Reinzinkschmelze S0 selbst eine hohe Bleikonzentration kaum Auswirkungen auf die bei maximaler Nennspannung erreichten Aufweitungen $v_{LL,C}$ hat. Das Legierungselement Zinn zeigt sich nach dieser Darstellung bei der niedrigen Aufweitungsgeschwindigkeit in seiner Wirkung in etwa gleichwertig zum Legierungselement Blei. Beide Legierungselemente in Kombination (Schmelze S9a) zeigen gegenüber der Reinzinkschmelze S0 hingegen einen Rückgang der maximal ertragbaren Aufweitung. Bei Erhöhung der Prüfgeschwindigkeit um einen Faktor 20 (Bild 6-9) ergeben sich deutliche Unterschiede in der Wirkung von Blei gegenüber Zinn. In den zinnfreien Schmelzen S0 und S1d ergibt sich jeweils eine Zunahme der maximal ertragbaren Aufweitung, in den zinnhaltigen Schmelzen S2b und S9a jeweils eine Reduktion. Darüberhinaus zeigt sich dort ein abrupter Spannungsabfall im Vergleich zur langsamen Versuchsführung. Wie weitergehende Untersuchungen und die folgenden Diagramme zeigen, ist die Reduktion der maximal ertragbaren Aufweitung unter Verwendung zinnhaltiger Schmelzen systematisch. Damit kommt dem Legierungselement Zinn eine besondere Bedeutung bei der LMAC Rissbildung zu.

Die **Bilder 6-10** (Versuchsreihe TL) und **6-11** (Versuchsreihe TS) zeigen die Ergebnisse für den Werkstoff S355 J2, 6mm und der Form D. Die in den jeweiligen Zinkschmelzen bei beiden Aufweitungsgeschwindigkeiten festgestellten Unterschiede in den Aufweitungen fallen bei Verwendung der Probenform D, aufgrund der im Vergleich zur Form B geänderten geometrischen Verhältnisse, deutlicher aus. Sowohl die Reduktion der maximal ertragbaren Aufweitungen unter Verwendung der zinn- und bleihaltigen Schmelze S9a als auch die Zunahme der Aufweitungen bei Verwendung der zinnfreien Schmelzen und der schnellen Prüfgeschwindigkeit sind stärker ausgeprägt als bei der Probenform B. Die daraus abgeleiteten maximal ertragbaren Aufweitungen, die probenformspezifisch mittels der FEM in plastische Dehnungen umgerechnet werden, sind somit geometrieabhängig.

Bei Verwendung des Werkstoffs S355 J2 mit der Blechstärke 10mm zeigen sich bei den mit der niedrigen Aufweitungsgeschwindigkeit durchgeführten Versuchen in etwa vergleichbare Aufweitungen wie mit dem Werkstoff S355 J2 6mm, Form D (vgl. **Bild 6-12** und Bild 6-10). Im Vergleich zu den Bildern 6-8 und 6-10 fällt im Bild 6-12 bei den in der Schmelze S9a durchgeführten Untersuchungen die Nennspannung bei Erreichen des Spannungsmaximums bei allen Versuchen abrupt ab. Die Ursache hierfür konnte selbst nach genauer Analyse der Einzelergebnisse nicht ermittelt werden. Bei Erhöhung der Prüfgeschwindigkeit (**Bild 6-13**) liegen die erreichten Aufweitungen auf einem vergleichbaren Niveau zu dem oben diskutierten Werkstoff S355 J2 6mm, Form D im Bild 6-11. Im Vergleich zu den Bildern 6-9 und 6-11 liegen die Verläufe der in den Zinkschmelzen durchgeführten Versuche bei den Versuchsreihen TL (Bild 6-12) und TS (Bild 6-13) nahe bei den in der Salzschmelze SN durchgeführten Versuchen. Bei der später durchgeführten Korrektur der um die Mikrorissbildung überhöhten Aufweitungen zeigen die hier dargestellten Ergebnisse einen Unterschied zwischen Proben aus dem 6mm und dem 10mm Blech und somit eine Abhängigkeit von der verwendeten Werkstoffcharge.

Die **Bilder 6-14** (Versuchsreihe TL) und **6-15** (Versuchsreihe TS) stellen die Ergebnisse für den Werkstoff P460 dar. Hier zeigen sich bei der langsamen Versuchsführung im Vergleich zu den vorher diskutierten Werkstoffen relativ geringe Unterschiede in der Wirkung der einzelnen Schmelzen. Erst bei einer Erhöhung der Prüfgeschwindigkeit nehmen in Analogie zu den vorgenannten Ausführungen die Aufweitungen in den zinnfreien Schmelzen zu und in der zinnhaltigen Schmelze S9a ab.

Die Ergebnisse der mit dem Werkstoff S690 Q durchgeführten Versuche sind vergleichbar mit denen des Werkstoffs P460 (**Bilder 6-16** und **6-17**). Die Unterschiede in den Aufweitungen zwischen den Schmelzen S0 und S1d sind kaum aufzulösen, die Versuche in der Schmelze S9a erreichen noch im elastischen Bereich ihr Maximum und sind daher nur bedingt auswertbar. Der Werkstoff zeigt in der Salzschmelze und niedriger Prüfgeschwindigkeit ein leicht entfestigendes Verhalten (Plateaubereich im Bild 6-16). Im Bild 6-17 wurde in der Salzschmelze die technisch bedingte Höchstkraft von 2,5kN erreicht, weswegen die Versuche hier nicht vollständig durchgeführt werden konnten. Die in der Schmelze S9a und der hohen Prüfgeschwindigkeit geprüften Proben versagen im Vergleich zur niedrigen Prüfgeschwindigkeit bei einer etwas niedrigeren Aufweitung im elastischen Bereich. Die Unterschiede in den Aufweitungen von langsamer und schneller Prüfgeschwindigkeit sind gering, wodurch der Einfluss des Werkstoffzustands auf die Rissbildung infolge einer Feuerverzinkung deutlich wird.

Bestätigt wird der Sachverhalt durch hier nicht dargestellte Tastversuche mit dem Werkstoff 42CrMo4 in normalisiertem Zustand und in zwei unterschiedlichen Vergütungsstufen. Bei den vergüteten Proben erfolgt der Bruch der Proben unabhängig von der verwendeten Zinkschmelze bereits im elastischen Anstieg (siehe auch die Versuche mit dem Werkstoff S690 Q unter Verwendung der Schmelze S9a), bei den normalisierten erfolgt das Versagen (meistens) bei Erreichen des plastischen Bereichs. Die Wirkung der Legierungselemente tritt bei Verwendung dieses Werkstoffs in den Hintergrund und der Werkstoffzustand (hier: vergütet) dominiert. Das bedeutet, dass mit zunehmender Festigkeit die Unterschiede in den Wirkungen der einzelnen Zinkschmelzen zurückgehen, das LMAC Risiko insgesamt jedoch aufgrund des kritischeren Werkstoffzustands steigt.

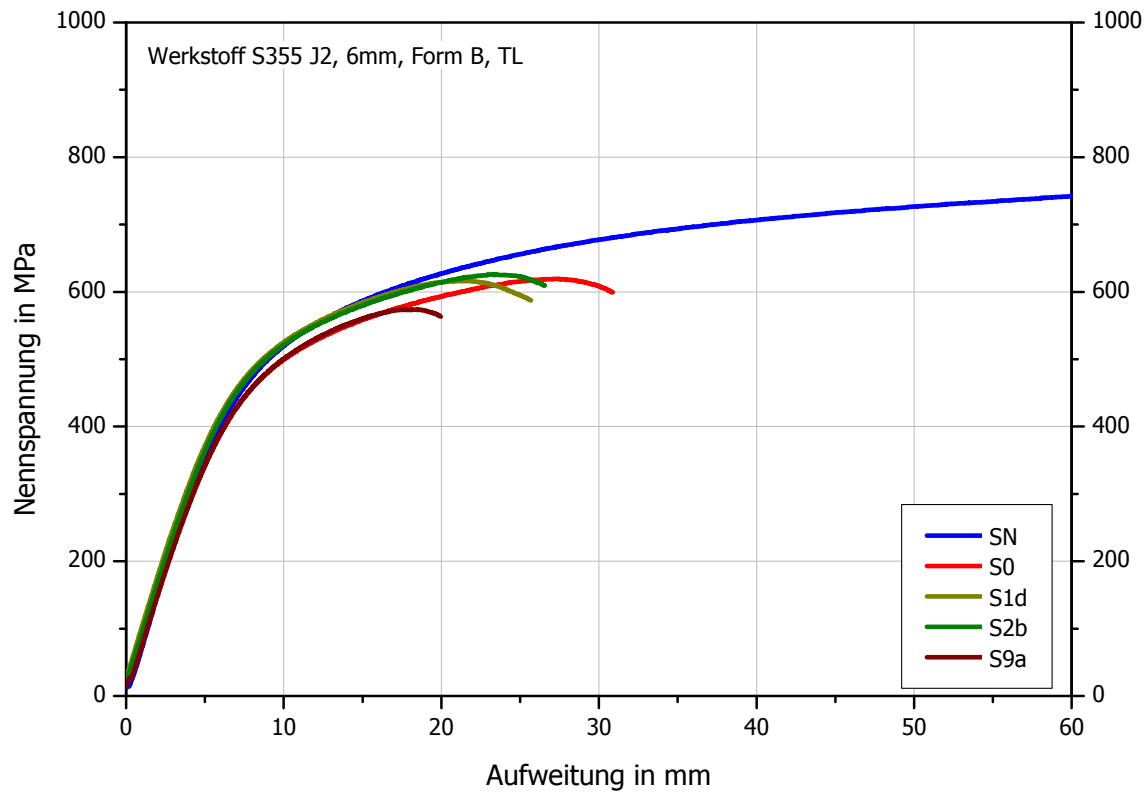


Bild 6-8: Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form B, Versuchsreihe TL ($v_T=0,05\text{mm/sec}$)

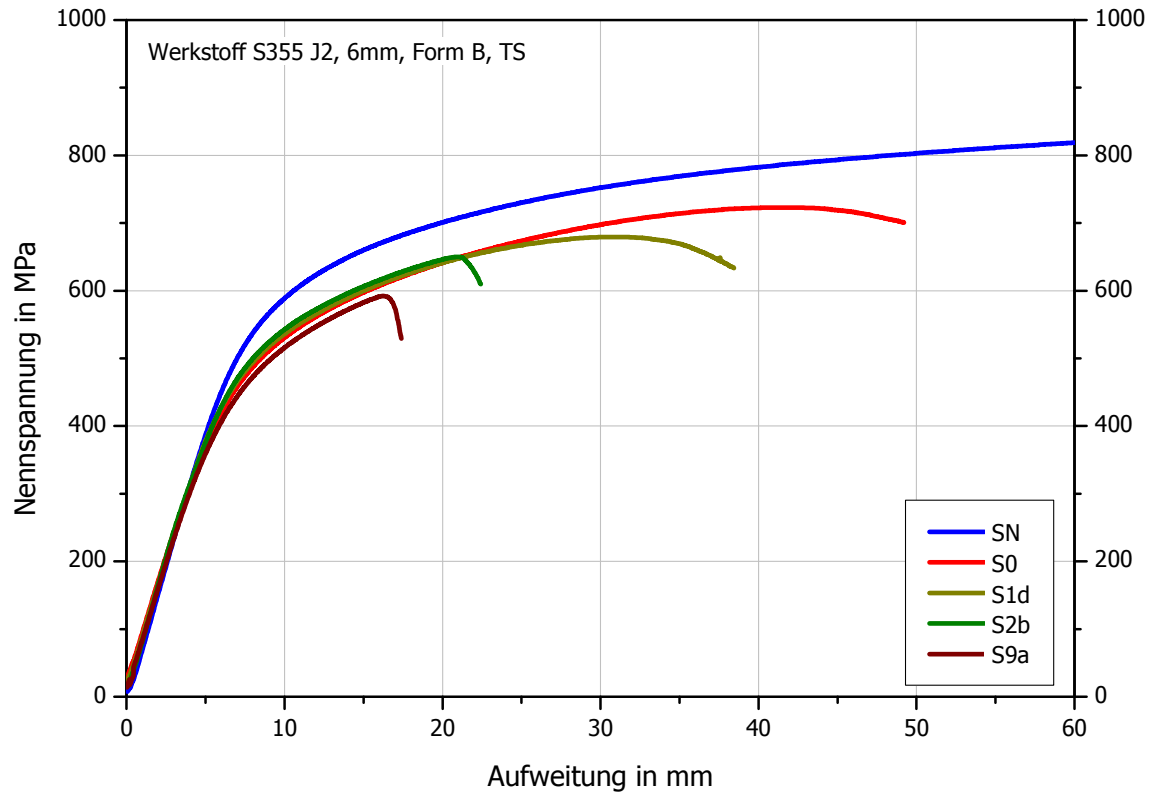


Bild 6-9: Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form B, Versuchsreihe TS ($v_T=1,00\text{mm/sec}$)

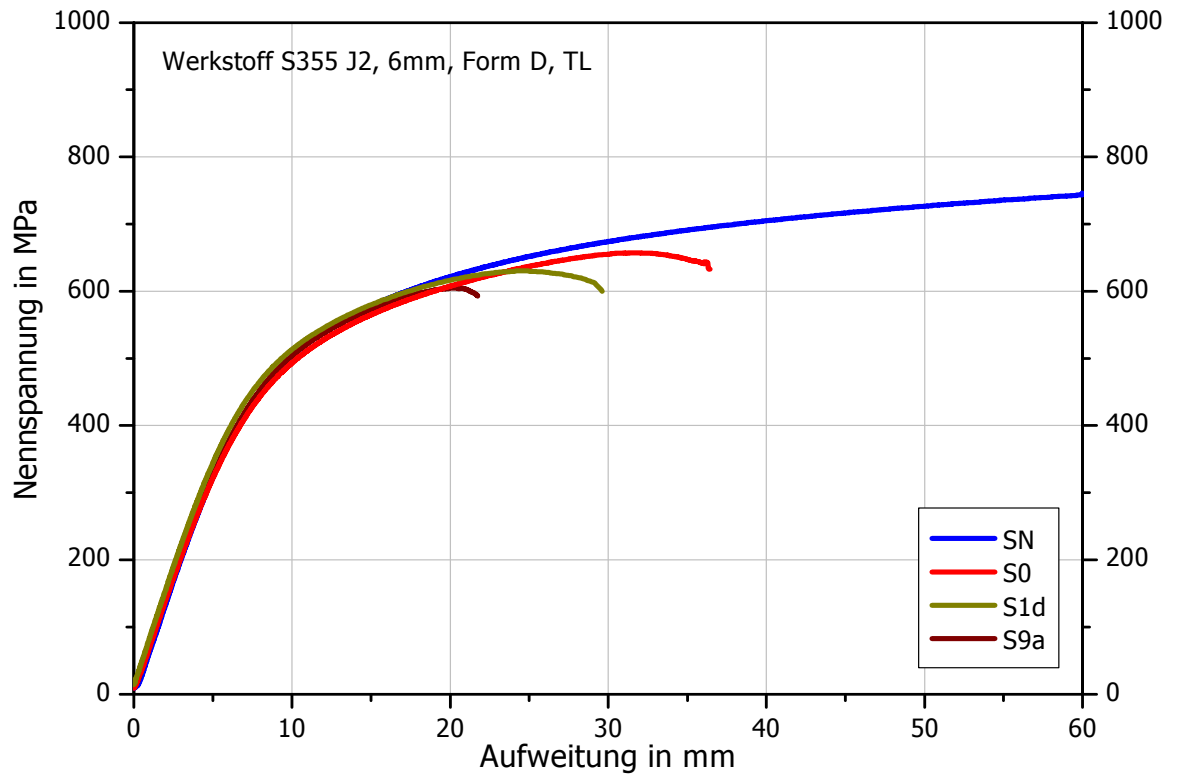


Bild 6-10: Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form D, Versuchsreihe TL ($v_T=0,05\text{mm/sec}$)

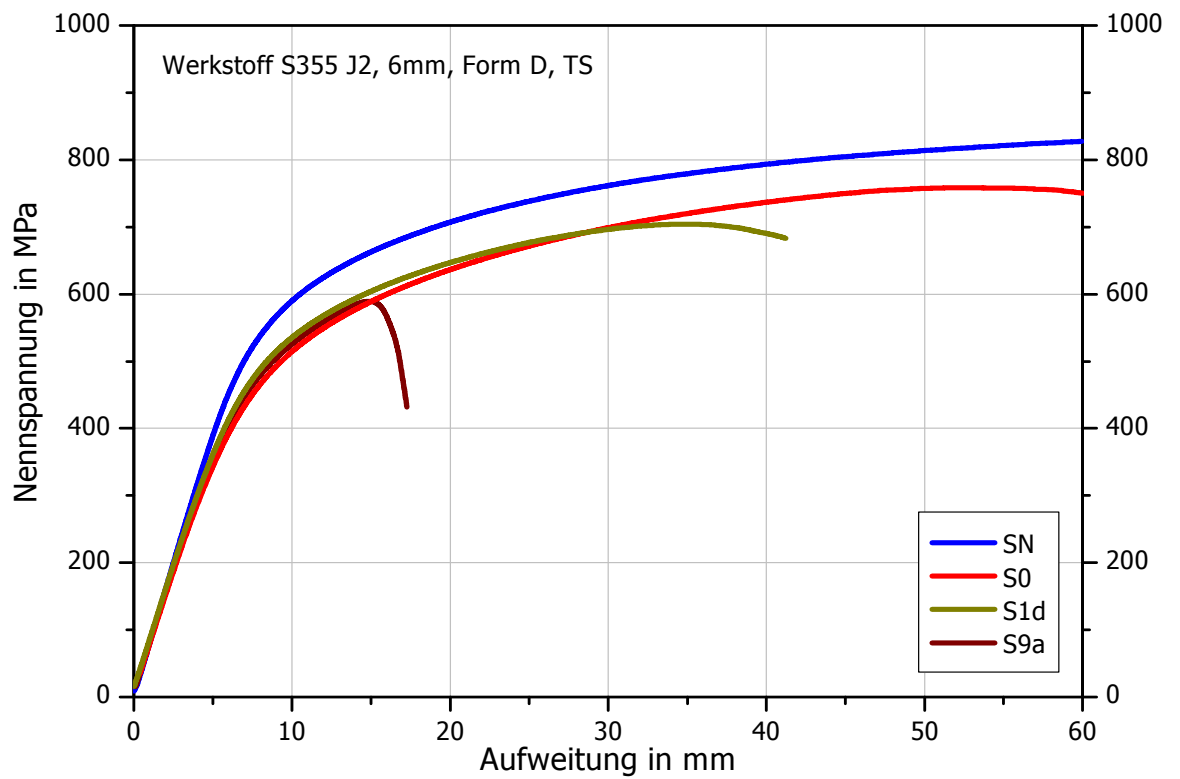


Bild 6-11: Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form D, Versuchsreihe TS ($v_T=1,00\text{mm/sec}$)

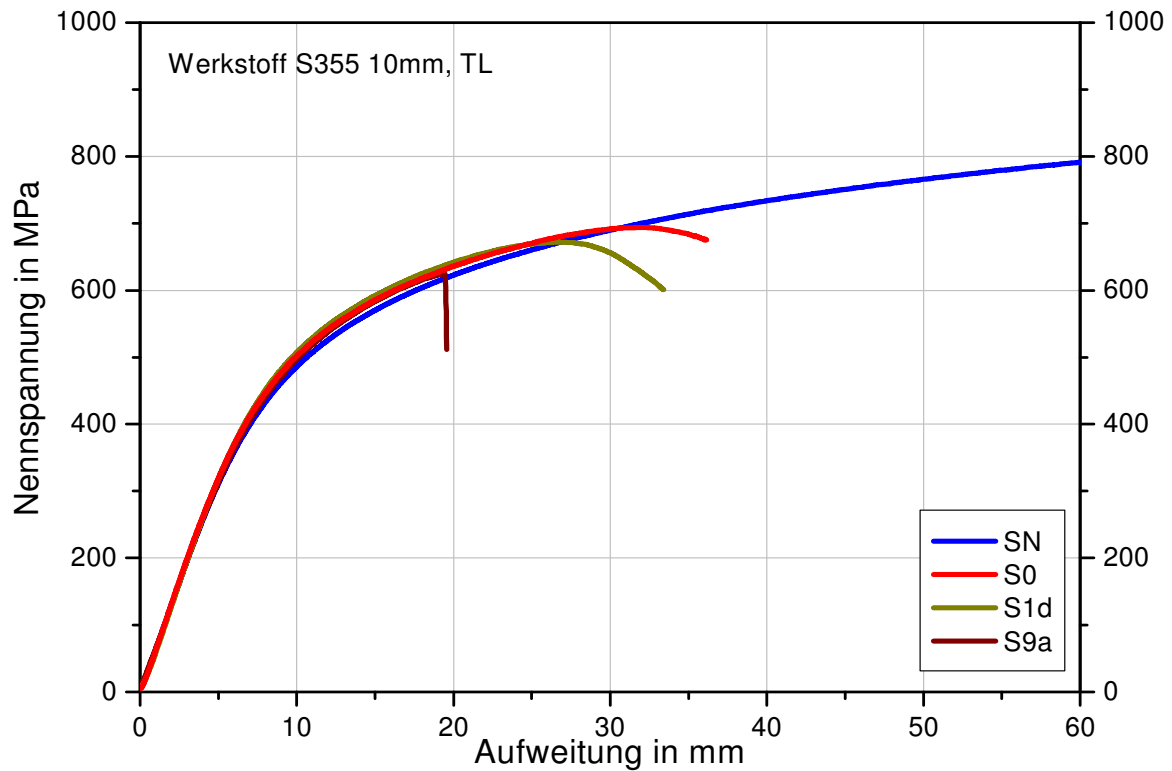


Bild 6-12: Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 10mm, Versuchsreihe TL ($v_T=0,05\text{mm/sec}$)

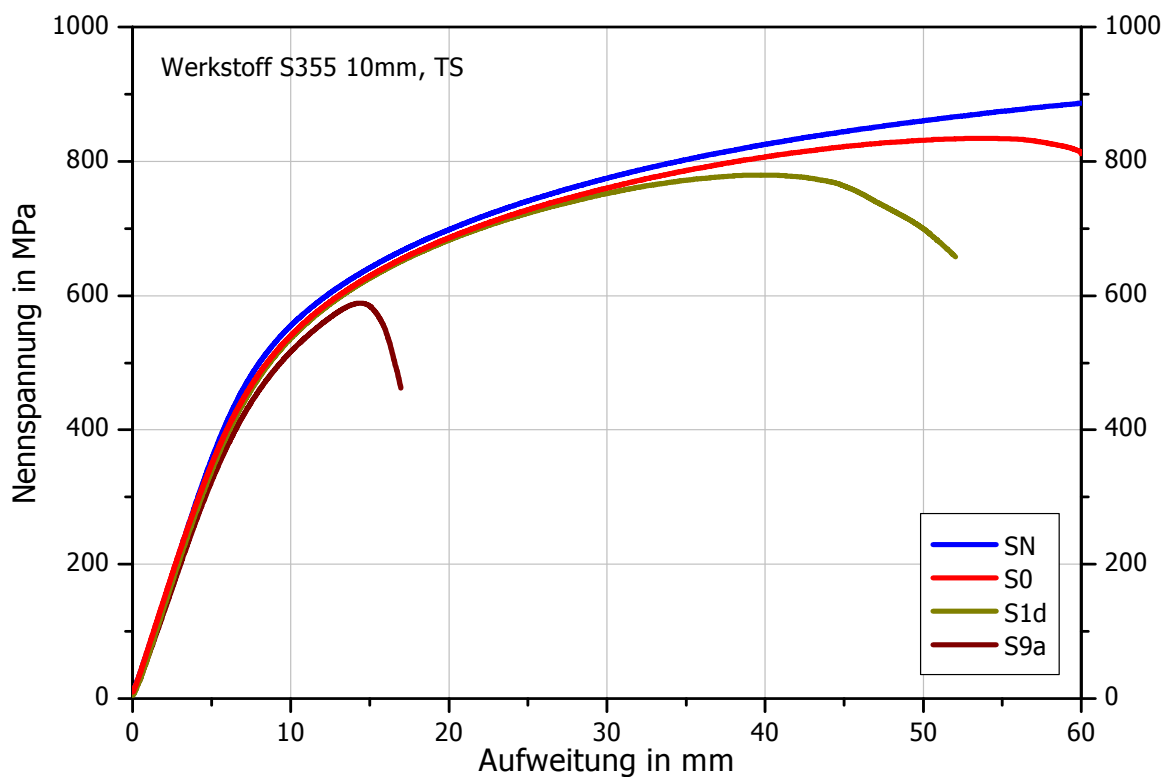


Bild 6-13: Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 10mm, Versuchsreihe TS ($v_T=1,00\text{mm/sec}$)

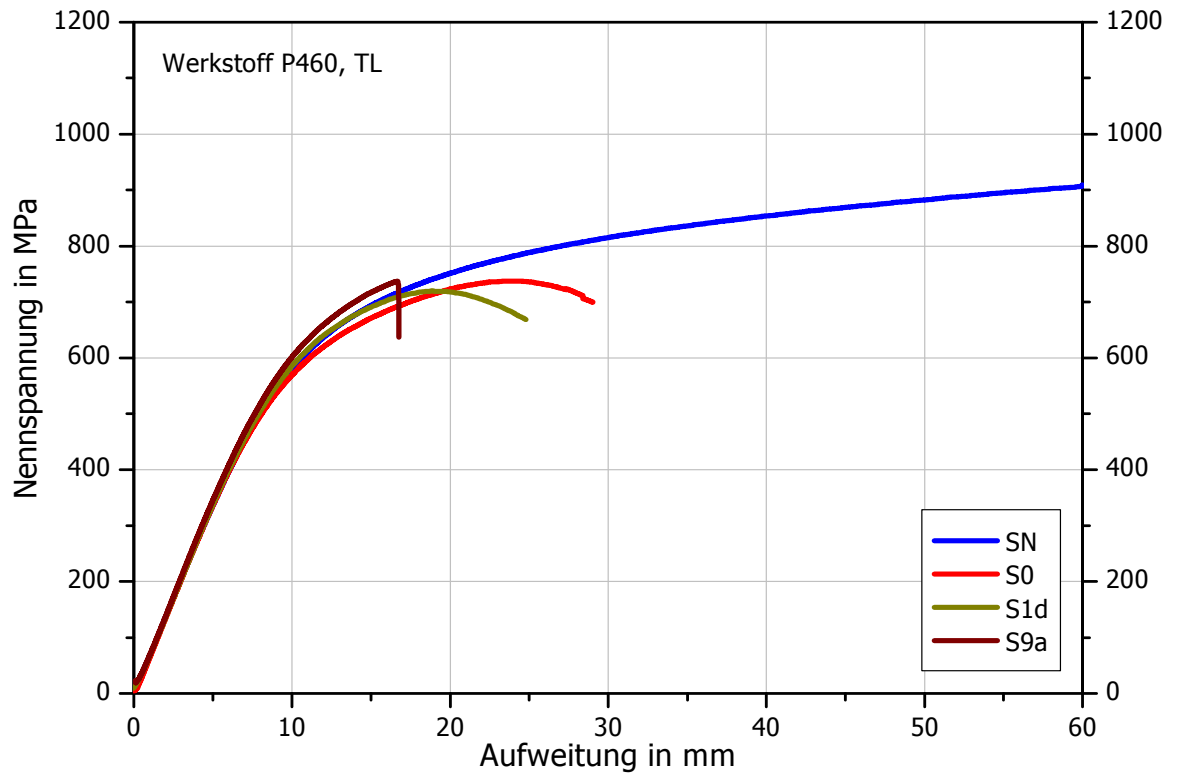


Bild 6-14: Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff P460, Versuchsreihe TL

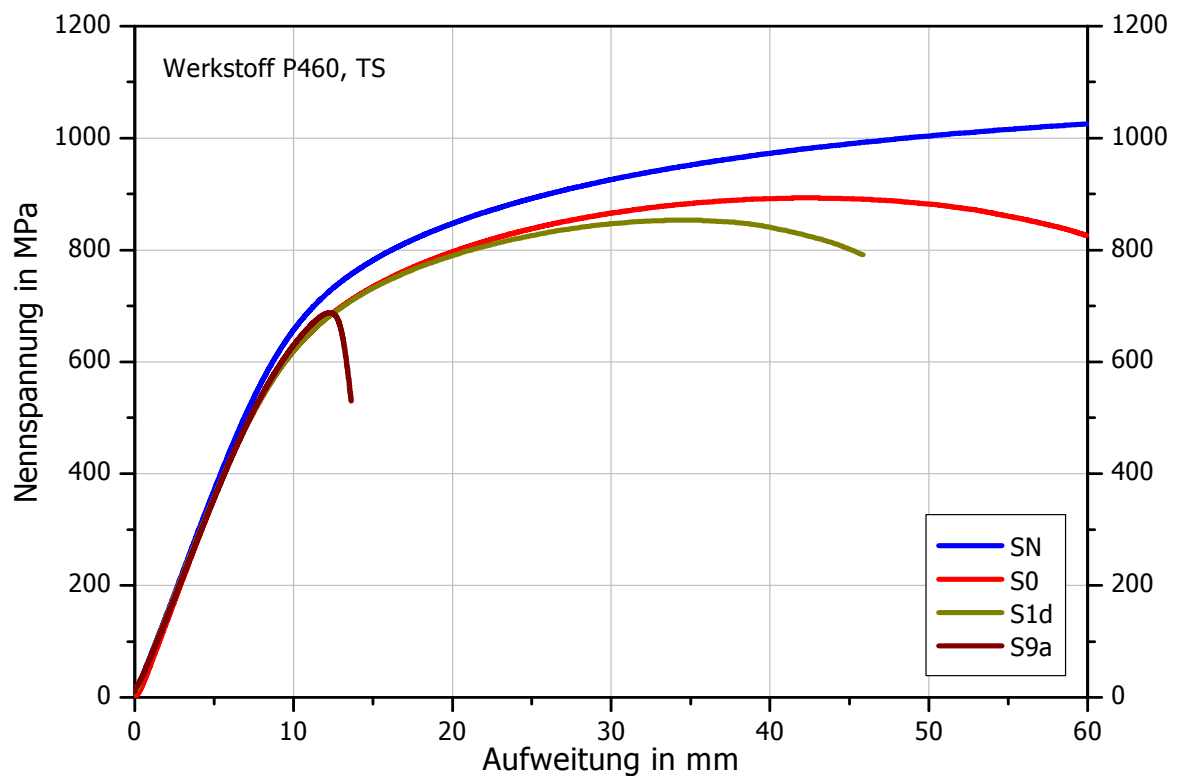


Bild 6-15: Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff P460, Versuchsreihe TS

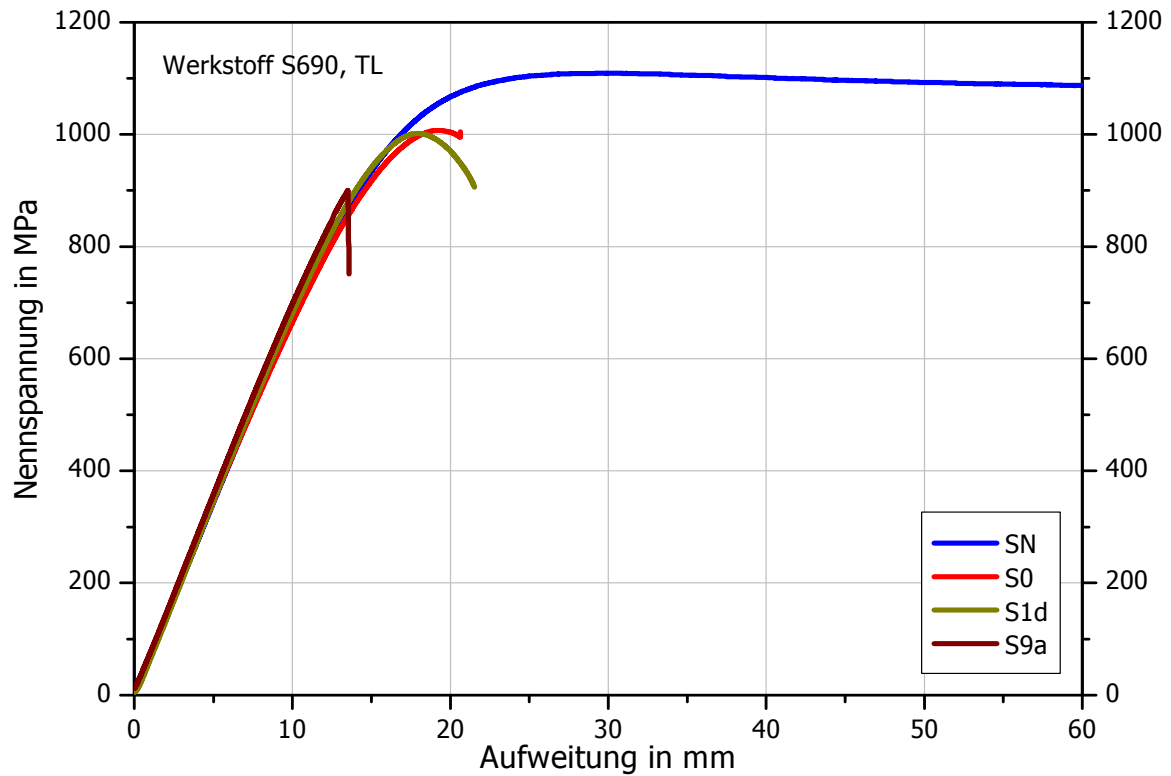


Bild 6-16: Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S690 Q, Versuchsreihe TL

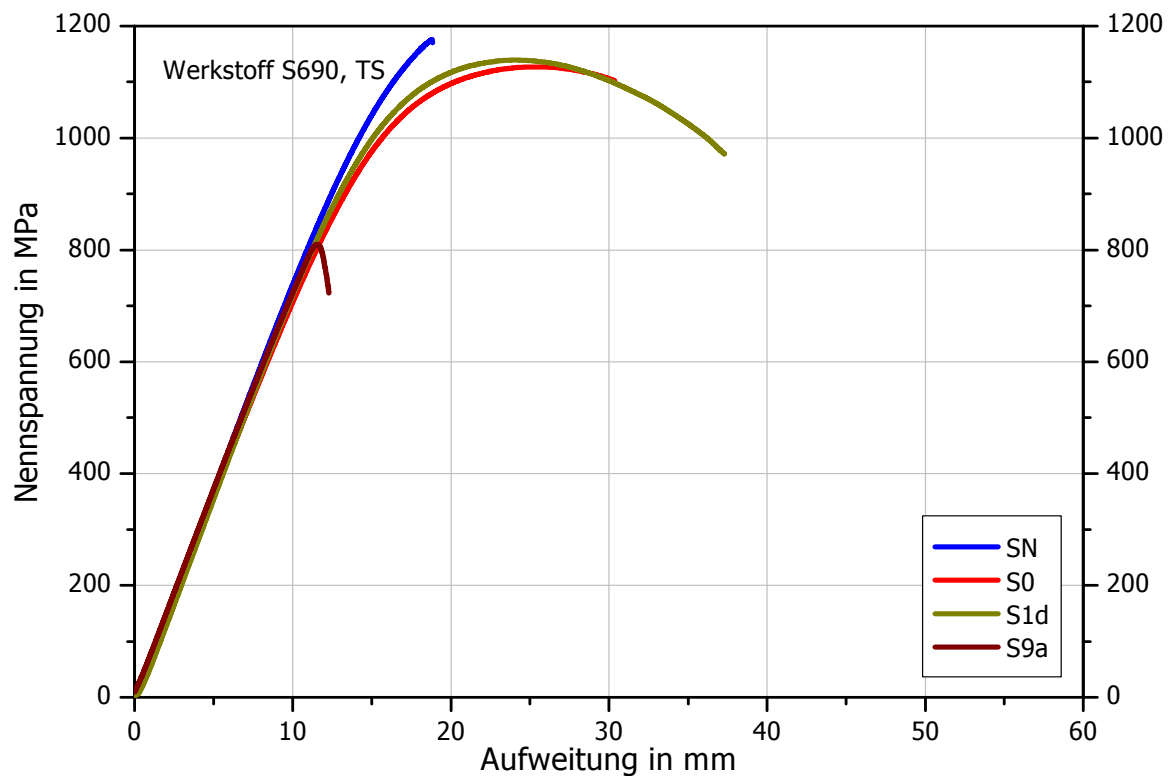


Bild 6-17: Auswertung der Zugversuche mit dem Werkstoff S690 Q, Versuchsreihe TS

6.2.2 Metallografische Charakterisierung der im Zugversuch geprüften U-Proben

Die im Folgenden durchgeführten metallografischen Untersuchungen am Schliff erfolgten in einer Blickebene in der Probenmitte (siehe Abschnitt 4.3), da dort der Riss im Allgemeinen am weitesten ins Grundmaterial eingedrungen ist. Eine Untersuchung in einer anderen Schliffebene der Probe kann daher zu abweichenden Aussagen über die Risskonfiguration führen, die -davon unabhängig- immer vor dem Hintergrund der jeweiligen Belastungskurve zu sehen ist. Die Auswahl der metallografisch und mikrofraktografisch dargestellten Proben wurde auf den umfassend untersuchten Werkstoff S355 J2 6mm, Form B beschränkt. Einzelne Untersuchungen an den anderen Werkstoffen zeigen in Bezug auf die metallografischen Ergebnisse grundlegend eine gute Übereinstimmung mit dem S355 J2 6mm, Form B. Die Proben wurden gemäß dem entsprechend dargestellten Kurvenverlauf kurz nach dem Spannungsmaximum entlastet und der Versuch manuell abgebrochen. Der Riss hat sich zu diesem Zeitpunkt bereits voll ausgebildet, die Tragfähigkeit der Probe nimmt ab und bei fortschreitender Aufweitung würde das Versagen eintreten.

Bei der Betrachtung der metallografischen Ergebnisse sind zwei Aspekte zu beachten. Zum einen ergeben sich aufgrund der verschiedenen Versuchsführungen und der Verwendung unterschiedlich legierter Schmelzen unterschiedliche Probenaufweitungen und damit einhergehend unterschiedlich große Rissaufweitungen. Zum anderen ist zu beachten, dass der Zeitpunkt des Versuchsabbruchs nicht festgelegt ist. Nach Erreichen des Spannungsmaximums werden die Versuche manuell gestoppt, wodurch die Proben jeweils unterschiedliche absolute Aufweitungen erfahren. In der Folge zeigen sich der oder die Risse mehr oder weniger klaffend. Die metallografischen Untersuchungen stellen daher Einzelergebnisse dar. In der folgenden Dokumentation ist im Teilbild links jeweils die Auswertung des langsamen Zugversuchs TL dargestellt, die des schnellen Zugversuchs TS findet sich jeweils im rechten Teilbild wieder. Zum besseren Verständnis der Beanspruchungssituation ist zusätzlich die jeweilige Belastungskurve dargestellt.

Bei den in den *zinnfreien* Schmelzen S0 (Reinzink) und S1d ($\text{Zn} + 0,81\% \text{ Pb}$) verzinkten Zugproben zeichnen sich bei der schnellen Versuchsführung neben einem dominierenden Riss, der die Tragfähigkeit der Probe deutlich herabsetzt, mehrere kleinere Anrisse ab. Diese entstehen über einen größeren Winkelbereich, wie der in den nachfolgenden Bildern eingezeichnete schwarze Doppelpfeil qualitativ anzeigt. Die wenigen Risse bei der langsamen Versuchsgeschwindigkeit hingegen sind auf einen verhältnismäßig kleinen Winkelbereich konzentriert (**Bilder 6-18 und 6-19**). In der *zinnhaltigen* Schmelze S2b ($\text{Zn} + 0,29\% \text{ Sn}$) führt bei der schnellen Versuchsführung der erste sich bildende Riss zum Versagen der Probe (**Bild 6-20**), was sich bei fortschreitender Versuchsdauer in einem signifikanten Rückgang der Nennspannung bemerkbar macht. Die Rissdynamik, d.h. die „Schnelligkeit“ mit der der Riss entsteht, nimmt zu und die Probe versagt abrupt.

Bei den hier gezeigten und allen nachfolgenden metallografischen Bildern gibt es signifikante Unterschiede in den Zinkschichtdicken. Eine Ursache ist die unterschiedliche Zusammensetzung der Zinkschmelzen, wobei höher legierte Schmelzen generell zu dünneren Schichtdicken führen als niedrig legierte Schmelzen /MAS2008/. Eine weitere Ursache ist das Anhaften von Zink nach dem Verzinkungsvorgang. In der Praxis wird überschüssiges Zink durch Schleudern des Verzinkungsguts nach dem Verzinken abgeschieden, sodass nur die für den Korrosionsschutz

wesentlichen Eisen Zink Legierungsschichten als „Schicht“ beibehalten werden (siehe Abschnitt 2.2). Bei den hier durchgeführten Versuchen wurde aus Praktikabilitätsgründen auf ein Schleudern der Proben verzichtet, sodass sich insbesondere bei niedrig legierten und damit zähflüssigeren Schmelzen Zink z.B. in der Kerbe ansammelt und daher im Schliff eine überhöhte Schichtdicke sichtbar wird.

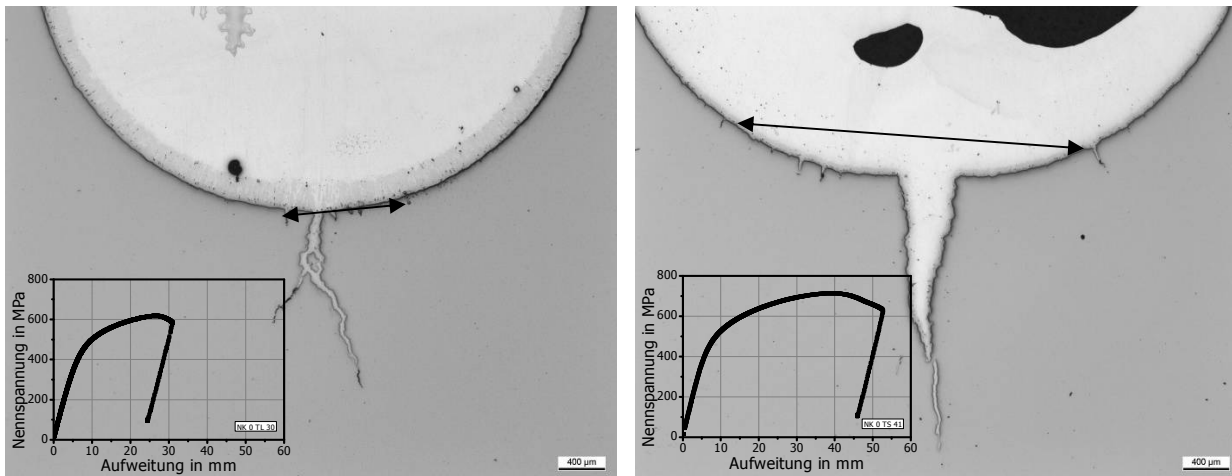


Bild 6-18: Metallografische Untersuchungen der Zugversuche in der Schmelze S0 (Reinzink) mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form B: links Versuchsführung TL, rechts TS

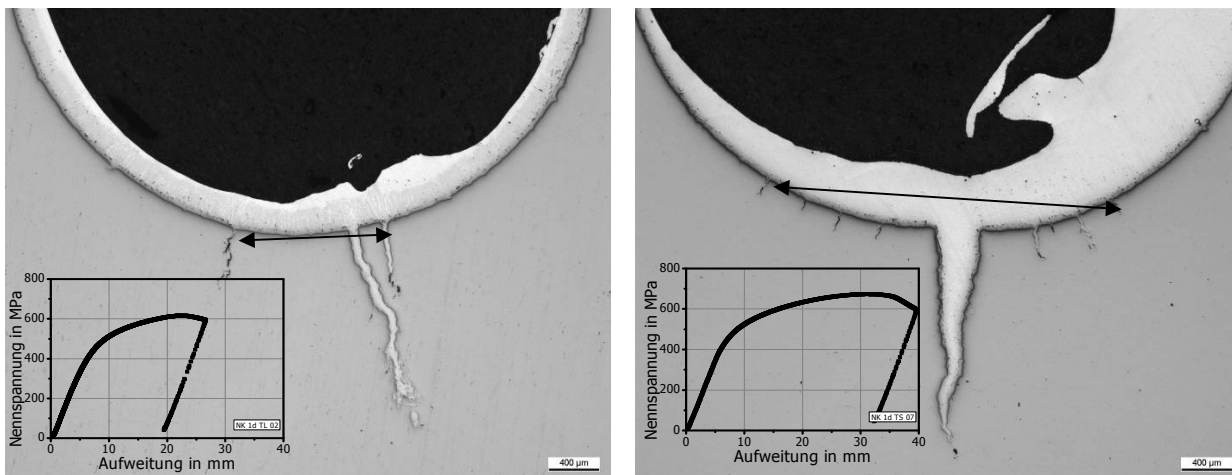


Bild 6-19: Metallografische Untersuchungen der Zugversuche in der Schmelze S1d (Zn + 0,81% Pb) mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form B: links Versuchsführung TL, rechts TS

Das einer *zinnhaltigen* Zinkschmelze zusätzliche Zulegieren von Blei (Schmelze S9a, **Bild 6-21**) führt zu einer Verschärfung der Situation. Die im Versuch erreichten Aufweitungen nehmen bei dieser Schmelze im Vergleich zur Schmelze S2b deutlich ab. Für die experimentell gemessene absolute Aufweitung der Probe ist hier in der Regel ein einziger Riss maßgeblich, bei dem die Rissabstumpfung eine untergeordnete Rolle spielt. Damit versagen die in einer zinnhaltigen Schmelze geprüften Proben anders, wie die Verläufe der Belastungskurven belegen. Im Vergleich dazu entstehen bei den in den zinnfreien Schmelzen durchgeführten Versuchen im Kerbgrund der Probe mehrere kleinere Risse. Die dort untersuchten Proben sind darüberhinaus mit Mikrorissen behaftet (siehe Abschnitt 5.5).

Die mit Zink verfüllten Verästelungen der interkristallinen Risse (Bilder 6-20 und 6-21, jeweils linkes Teilbild) decken sich mit Beobachtungen aus der Literatur. Die z.B. in /PIN2009/

getroffenen allgemein gültigen Aussagen über das kombinierte Auftreten von Haupt- und Nebenrissen können mit den in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen jedoch nur teilweise bestätigt werden. Wie dargestellt, hängt es von der jeweiligen Versuchsführung und von der verwendeten Zinkschmelze ab, ob tendenziell ein einzelner oder mehrere sich verästelnde Risse entstehen.

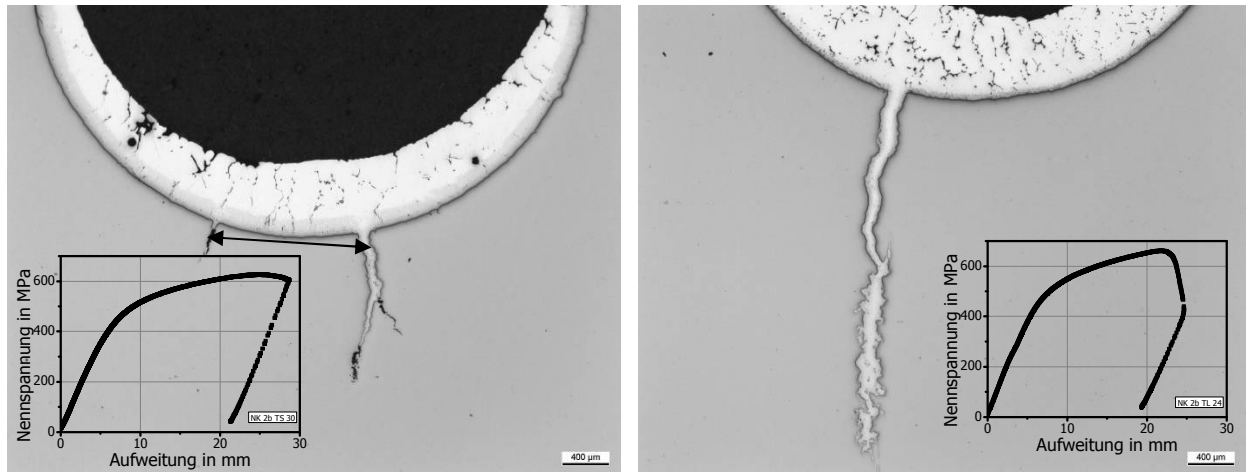


Bild 6-20: Metallografische Untersuchungen der Zugversuche in der Schmelze S2b (Zn + 0,29% Sn) mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form B: links Versuchsführung TL, rechts TS

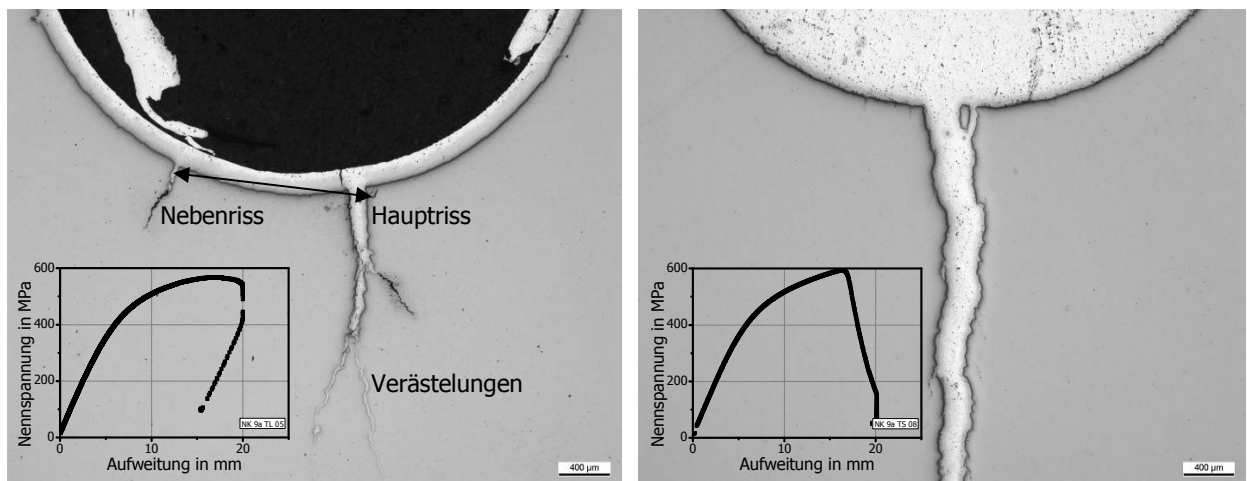


Bild 6-21: Metallografische Untersuchungen der Zugversuche in der Schmelze S9a (Zn + 1% Pb + 1% Sn) mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form B: links Versuchsführung TL, rechts TS

Ergänzend wurden zu den oben beispielhaft dargestellten Proben mikrofraktografische Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop (REM) durchgeführt. Dabei wird hier der Schwerpunkt auf die Bruchmikrostruktur gelegt. Um die Zähigkeit des Materials herabzusetzen und eine klare Unterteilung zwischen interkristallinem Verzinkungsris und transkristallinem Laborbruch zu erhalten, wurden die rissbehafteten Proben im flüssigen Stickstoff bei -196°C gekühlt und die Risse mechanisch freigelegt.

Aufgrund der Lage der Blickebene kann nur die Hauptbruchebebene betrachtet werden. Eventuell mehrere vorhandene Anrisse werden nicht erkannt. Die Bilder sind zum Teil im

Rückstreuelektronenmodus aufgenommen worden, da dort ein guter Materialkontrast zwischen der zinkbehafteten interkristallinen und der zinkfreien transkristallinen Bruchfläche erzielt wird. Bei den in den Bildern vereinzelt erkennbaren schwarzen Punkten handelt es sich um sekundäre Kontaminationen, die sich trotz sorgfältiger Probenpräparation auf der Probe befinden und aufgrund des starken Kontrastunterschieds sichtbar werden. Alle dargestellten Proben sind so orientiert, dass sich der Kerbgrund links im Bild befindet (**Bild 6-22**). Im Folgenden sind in Analogie zu obigem Abschnitt die Ergebnisse aus den Versuchen mit den langsamen Zugversuchen im linken Bild und die aus den schnellen Zugversuchen im rechten Bild dargestellt. Es ist zu beachten, dass es sich um Einzelergebnisse handelt.

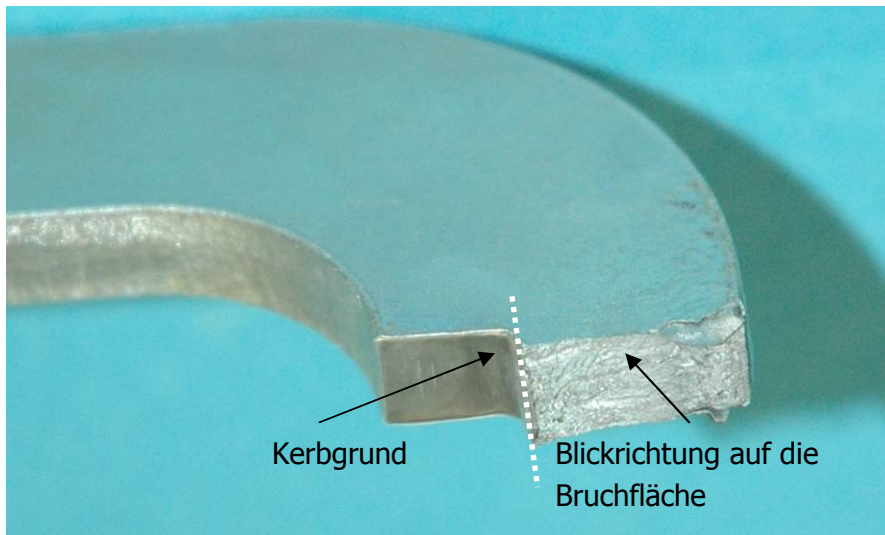


Bild 6-22: Zur Lage der Blickrichtung in den REM Aufnahmen

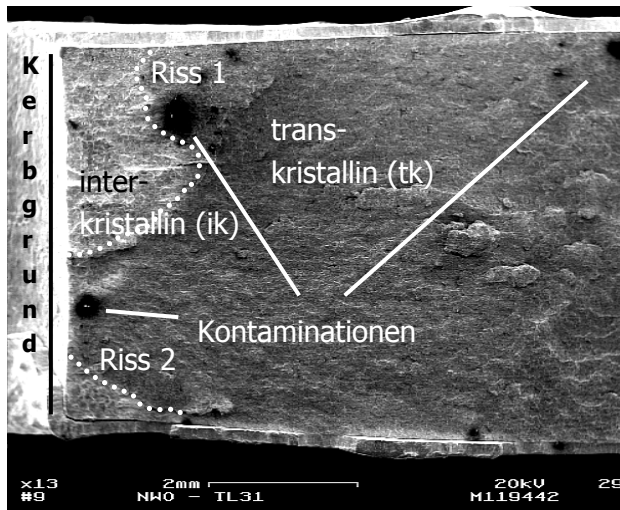


Bild 6-23: REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S0, Versuch TL

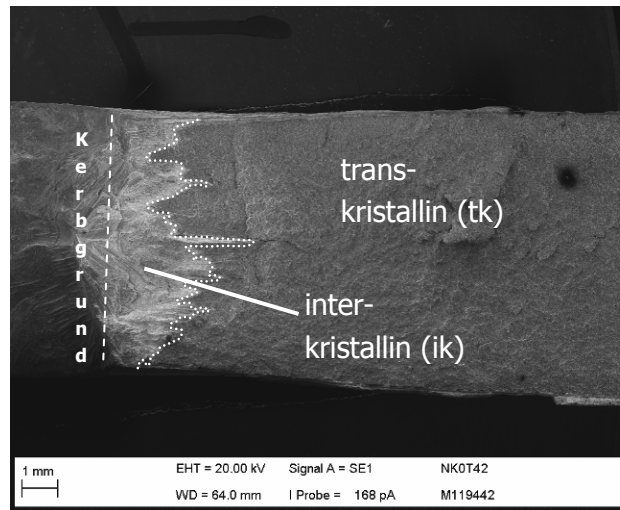


Bild 6-24: REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S0, Versuch TS

Aus den **Bildern 6-23 bis 6-26** (zinnfreie Zinkschmelzen) wird deutlich, dass sich die Rissfront nicht gleichmäßig ausbreitet und das vorderste Ende der Rissfront nicht zwingend mittig zur Probenbreite liegt. Im Falle einer unterbrochenen Rissfront (Riss 1 und Riss 2 im Bild 6-23) ist von zwei von einander unabhängigen Rissausgängen auszugehen.

Da die Zinkschmelze an den Ecken des Kerbgrunds von zwei Seiten einwirkt und somit LMAC Schädigungen unter der anliegenden Beanspruchung von zwei Seiten möglich wären, würden die Risse nach theoretischen Überlegungen bevorzugt an den Ecken im Kerbgrund entstehen. Diese Tatsache konnte jedoch nicht bei allen in der Praxis untersuchten Bruchflächen beobachtet werden.

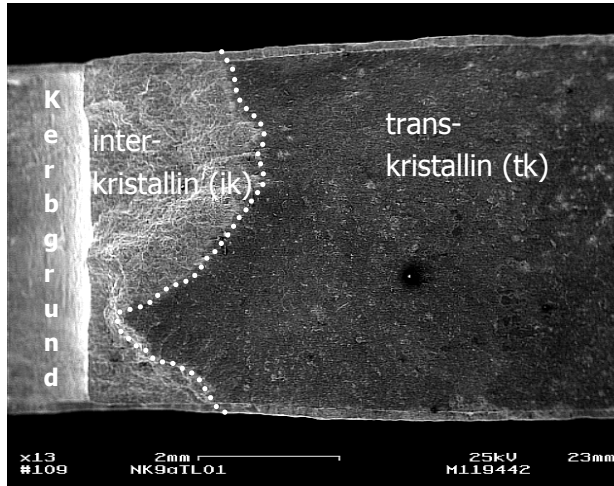


Bild 6-25: REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S1d, Versuch TL

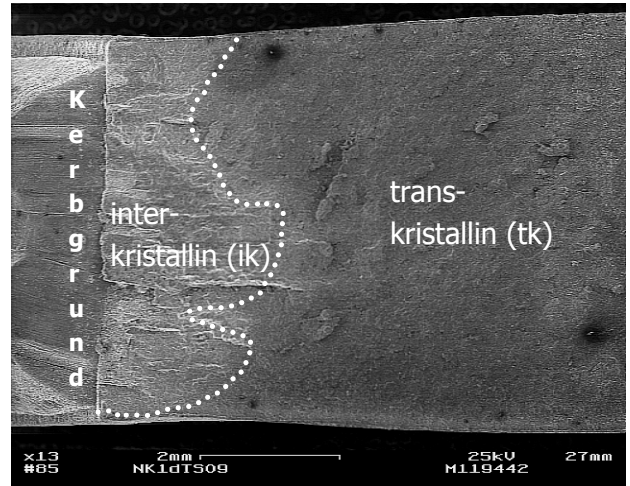


Bild 6-26: REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S1d, Versuch TS

Bild 6-27 zeigt beispielhaft den mit Zink belegten interkristallinen Bruchbereich, der bei allen metallografisch untersuchten Proben vergleichbar ist. Es handelt sich um einen Trennbruch mit interkristallinem Charakter. Eine Detailaufnahme aus Bild 6-24 des Übergangsbereichs vom interkristallinen Verzinkungsbruch (ik) zum transkristallinen Laborbruch (tk) ist im **Bild 6-28** abgebildet. Deutlich sichtbar sind senkrecht zur Bruchfläche bis in den transkristallinen Bereich ausgebildete Trennungen. Es ist zu vermuten, dass korngrenzenschädigende Elemente (hier: Reinzink) über die sichtbare Rissfront hinaus in das Grundmaterial eindringen und in Verbindung mit einer Zugspannung den interkristallinen Riss auslösen. Später diskutierte EDX Analysen bestätigen diese Hypothese.

Eine beispielhafte Detailaufnahme des transkristallinen Laborbruchs zeigt stellvertretend für alle untersuchten Proben das **Bild 6-29**. Gut erkennbar sind die für den unter tiefen Temperaturen erzeugten Trennbruch charakteristischen transkristallinen Spaltflächen.

Eine schnelle Versuchsführung (TS) in der Reinzinkschmelze S0 fördert offenbar die Entstehung von Trennungen senkrecht zur Hauptbruchfläche und führt zu einer blätterteigartigen Struktur im Bruchbild. Vergleichbare Ergebnisse wurden bei hier nicht dargestellten Compact Tension Proben festgestellt. Dabei zeigten sich, unter Verwendung der Schmelze S9a (1% Pb+1% Sn) in Analogie zu den hier vorgestellten Untersuchungen, bei vergleichbaren Proben und Versuchsbedingungen senkrecht zur Hauptbruchfläche und damit senkrecht zur Beanspruchung liegende Trennungen.

Bei in zinnlegierten Schmelzen verzinkten U-Proben wurden hingegen keine signifikante Trennungen senkrecht zur Bruchebene festgestellt (**Bilder 6-30, 6-31 und 6-32**). Lediglich die

Bruchfläche der in der Schmelze S9a im schnellen Zugversuch verzinkten Probe weist in schwacher Form die beschriebene blätterteigartige Struktur auf (**Bild 6-33**, Bereich A).

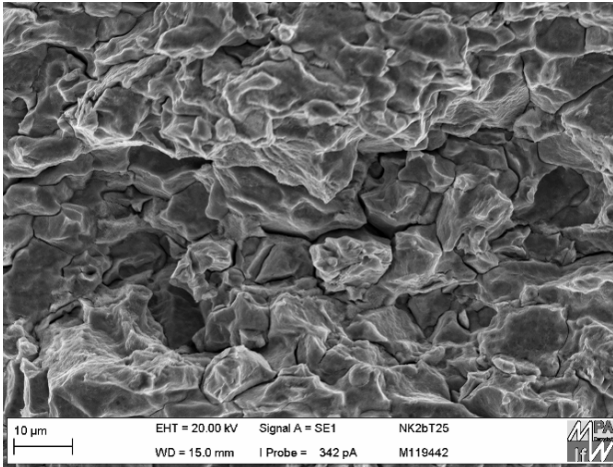


Bild 6-27: Beispielhaft dargestellter interkristalliner Bruchbereich

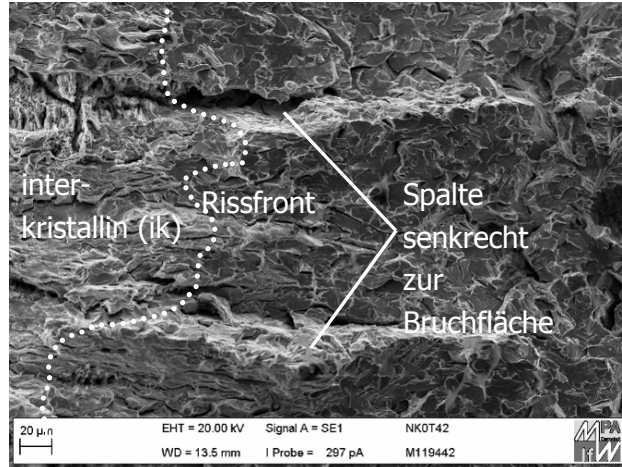


Bild 6-28: Detailbild aus Bild 6-24 Übergangsbereich ik <-> tk

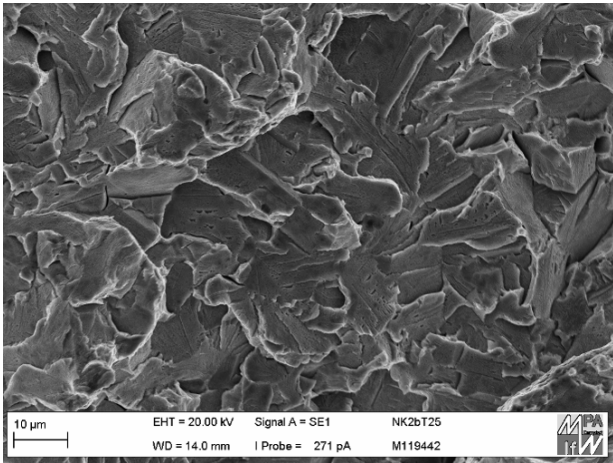


Bild 6-29: Beispielhaft dargestellter transkristalliner Bruchbereich

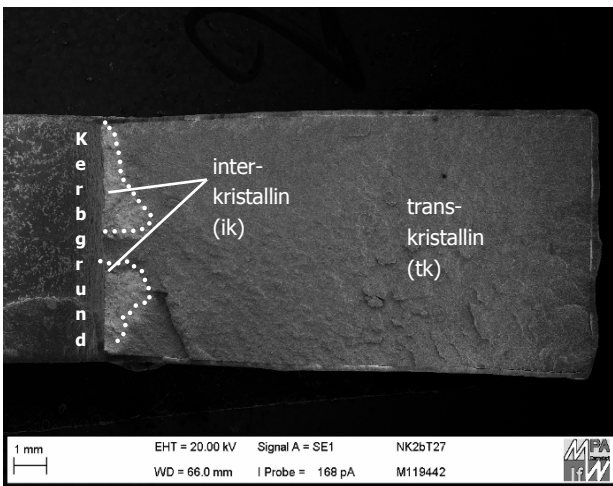


Bild 6-30: REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S2b, Versuch TL

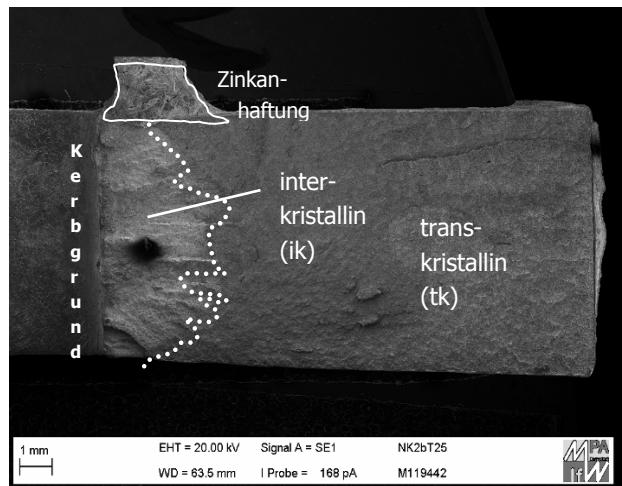


Bild 6-31: REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S2b, Versuch TS

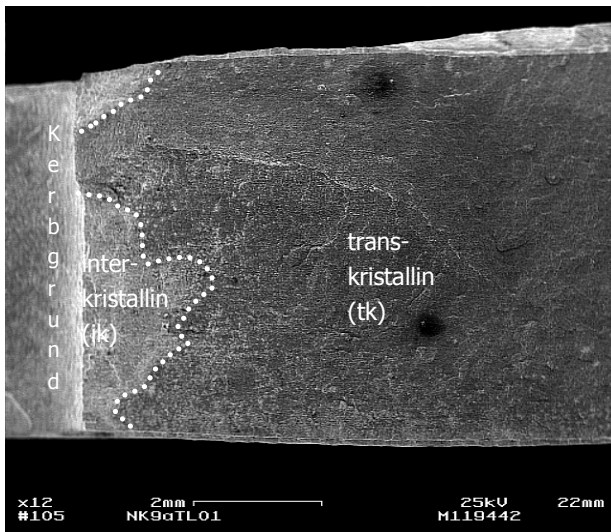


Bild 6-32: REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S9a, Versuch TL

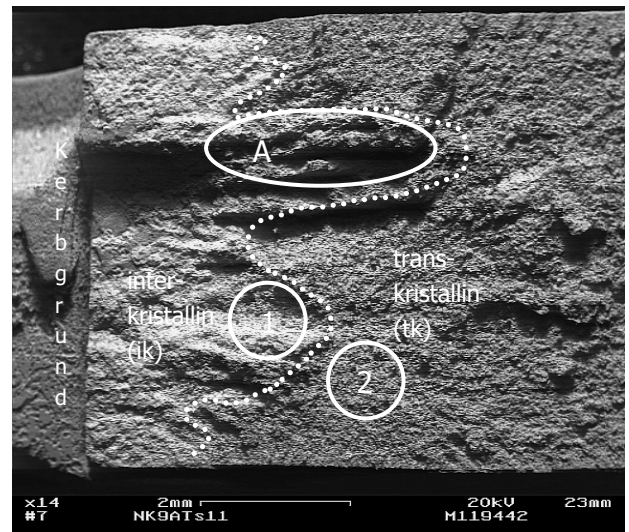


Bild 6-33: REM Untersuchung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, Schmelze S9a, Versuch TS

In den Bereichen 1 und 2 aus Bild 6-33 wurde mittels einer energiedispersiven Röntgenmikroanalyse (EDX) eine qualitative Elementanalyse durchgeführt. Die Ergebnisse sind in den **Bildern 6-34** und **6-35** gezeigt. Im Bereich der Stelle 1 (interkristalliner Bruch) lassen sich, in Übereinstimmung mit den oben getroffenen Beobachtungen und mit /ORT2011/, neben Zink die der Zinkschmelze zulegierten Elemente Zinn und Blei detektieren. Vor der Rissfront im Bereich 2 (transkristalliner Bruch) findet sich neben dem starken Eisensignal ein schwach entwickeltes Signal von Zink. Werden Kontaminationen durch die Probenpräparation ausgeschlossen, ist das ein Hinweis darauf, dass Zink über die sichtbare Rissfront hinausgehend ins Grundmaterial eingedrungen ist. Der Ursprung des in den EDX Spektren relativ stark entwickelten Chlorsignals kann abschließend nicht geklärt werden.

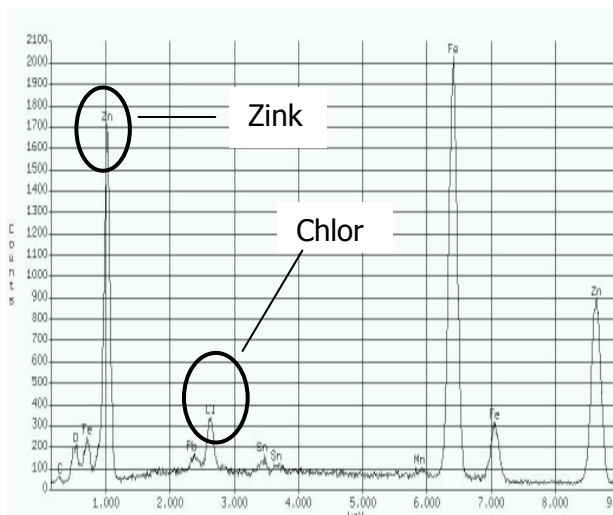


Bild 6-34: EDX Analyse an der Stelle 1 im Bild 6-33

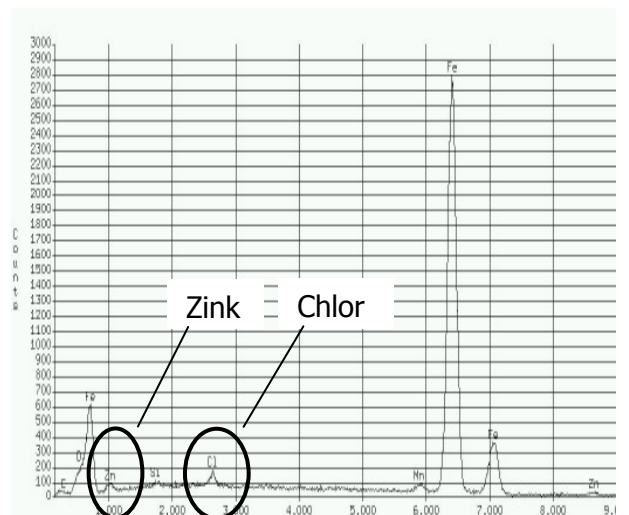


Bild 6-35: EDX Analyse an der Stelle 2 im Bild 6-33

6.2.3 Auswertung der Zeitstandversuche

Wie in Abschnitt 5.5 gezeigt, werden bei den Zeitstandversuchen für die Bewertung des Einflusses der Schmelzen die Zeiten bis zum Beginn des Versagens und die bis dahin erreichten Aufweitungen ausgewertet. In den folgenden Bildern wird die angelegte Nennspannung über die Zeit bis zum Bruch mittels halblogarithmischen Zeitstandfestigkeitslinien dargestellt. Grundlage für den linearisierten Verlauf der Geraden ist der geometrische Mittelwert aus fünf bis sechs Einzelversuchen pro Schmelze und pro Belastungshorizont. In der Regel wurden zwei Belastungshorizonte zur Auswertung herangezogen. Als Referenzschmelze ist jeweils immer die Reinzinkschmelze S0 in die Darstellung mit aufgenommen. Für die Diskussion sind in diesem Ergebnisteil nur beispielhafte Ergebnisse dargestellt. Alle Ergebnisse der mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form B umfassend durchgeführten Zeitstandversuche sind im Anhang in den **Bildern 10-21 bis 10-34** zu finden. Die zum Zeitpunkt des Versagensbeginns ermittelten Aufweitungen sind über der jeweils angelegten Nennspannung aufgetragen, für die der jeweilige arithmetische Mittelwert der Aufweitungen berechnet wurde. Im Rahmen einer Sensitivitätsanalyse werden im Abschnitt 6.4 anhand der im Reinzink durchgeführten Zeitstandversuche die Auswirkungen von Streuungen der Versuchsführung diskutiert und bewertet. Die generelle Vorgehensweise bei der Auswertung des Zeitstandversuchs ist in der Übersicht im **Bild 6-36** dargestellt. Die Beschreibung der Umrechnungen der Aufweitungen in plastische Dehnungen erfolgt im Abschnitt 6.3.

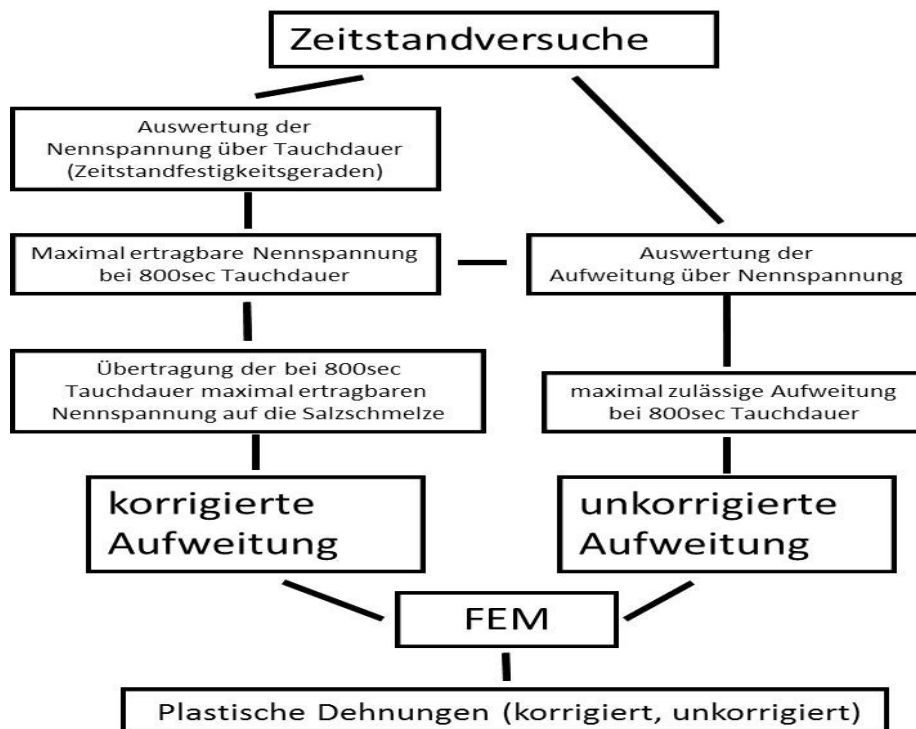


Bild 6-36: Generelle Vorgehensweise bei der Auswertung der Zeitstandversuche

In den **Bildern 6-37** und **6-38** sind die Ergebnisse der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm und der Form B für die Schmelzen S0 (Reinzink), S1d (Zn+0,81% Pb), S2b (Zn+0,29% Sn) und S9a (Zn+1% Pb+1% Sn) dargestellt. Die angelegte Nennspannung wurde dabei so abgestimmt, dass sich gut auswertbare Versuchsdauern zwischen 5min und 60min einstellten.

Anhand der Schmelzen S0 und S2b wird deutlich, dass mit zunehmendem Legierungsgehalt unter ansonsten gleichen Versuchsbedingungen die durchschnittliche Versuchsdauer zurückgeht (z.B. für 560MPa Rückgang von $\approx 1000\text{sec}$ bei S0 auf $\approx 800\text{sec}$ bei S2b). Niedrigere Nennspannungen sind bei den Schmelzen S0 und 2b nicht zweckmäßig, da sonst die Versuchsdauern deutlich ansteigen und mehr als eine Stunde betragen würden. In einem solchen Fall ist mit einer erhöhten Anzahl von Durchläufern (Versuchsdauern $\gg 3600\text{sec}$) zu rechnen, die in den Berechnungen des geometrischen Mittelwerts jeweils mit dem Wert 3600sec berücksichtigt würden. Bei einer höher angelegten Nennspannung (z.B. 620MPa) würden die Proben in beiden Schmelzen unmittelbar nach Versuchsstart versagen (Versuchsdauern $\ll 300\text{sec}$ (5min)) und wären somit nicht auswertbar. Zwecks gut auszuwertenden Versuchsdauern zwischen 5min und 60min mussten unter Verwendung der Schmelzen S1d und S9a die angelegten Nennspannungen zum Teil deutlich reduziert werden. Daraus abgeleitet ergibt sich für die genannten Schmelzen ein deutlich erhöhtes LMAC Risikopotenzial. Die in den Versuchen ermittelten Aufweitungen nehmen ebenfalls systematisch ab (Bild 6-38). Auffällig ist das Ergebnis für die Schmelze S2b, die bei der Auswertung der Zugversuche als eine für eine LMAC Schädigung kritische Schmelze angesehen wurde und nach Bild 6-38 mit Reinzink auf einem vergleichbaren Niveau liegt. Hier zeigt sich der Einfluss der Beanspruchungssituation auf das LMAC Risikopotenzial der Schmelze S2b, das insbesondere für den schnellen Zugversuch deutlich höher zu bewerten ist als für den Zeitstandversuch.

In den **Bildern 6-39** und **6-40** sind die Ergebnisse am Werkstoff S355 J2, 6mm und der Form D für die Schmelzen S0, S1d und S9a dargestellt. Die Ergebnisse sind mit den Versuchen mit der Form B nicht vergleichbar, da es sich um unterschiedliche Probenformen handelt, was sich auf die lokalen Spannungs-Dehnungsverhältnisse auswirkt. Die grundsätzliche Abstufung der verwendeten Schmelzen ist jedoch identisch. Demnach weist die Schmelze S9a das höchste LMAC Risikopotenzial auf, die Reinzinkschmelze S0 das niedrigste.

Die **Bilder 6-41** bis **6-44** zeigen die Ergebnisse für die Werkstoffe P460 und S690 Q. Die Diagramme belegen, dass mit zunehmender Festigkeit des Werkstoffs die Unterschiede zwischen den einzelnen Schmelzen geringer werden. Der Einfluss der Schmelze rückt in den Hintergrund und der Werkstoffzustand wird dominant. Dies steht im Einklang mit den Ergebnissen aus dem Abschnitt 6.2.2 (Auswertung der Zugversuche). Bei einer Auswertung über die Aufweitung bestätigt sich die Abstufung der einzelnen Schmelzen in Analogie zu den vorher durchgeführten Untersuchungen.



Bild 6-37: Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form B, Auswertung der Nennspannung

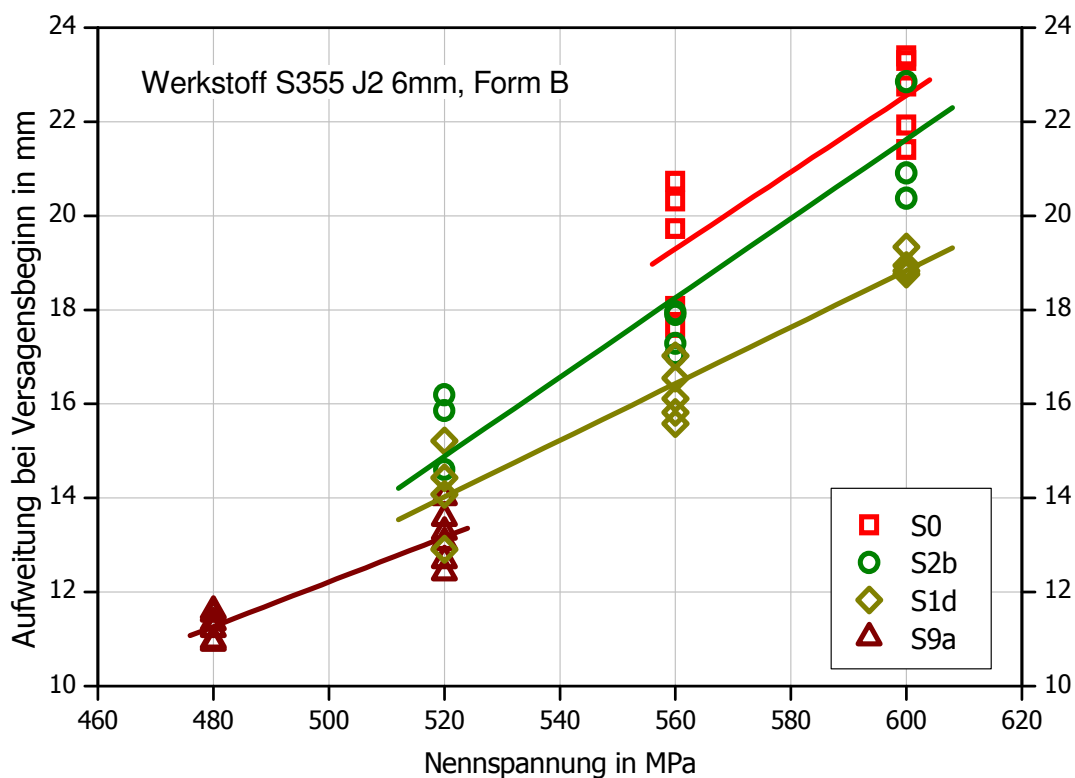


Bild 6-38: Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form B, Auswertung der Aufweitung

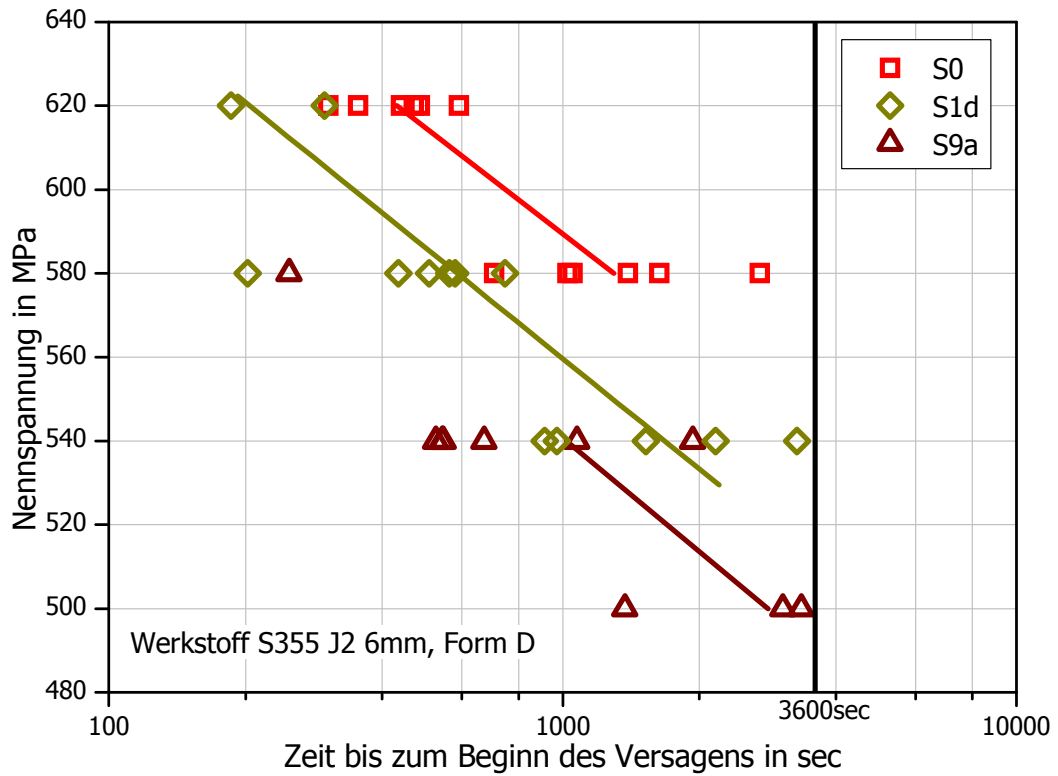


Bild 6-39: Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form D, Auswertung der Nennspannung

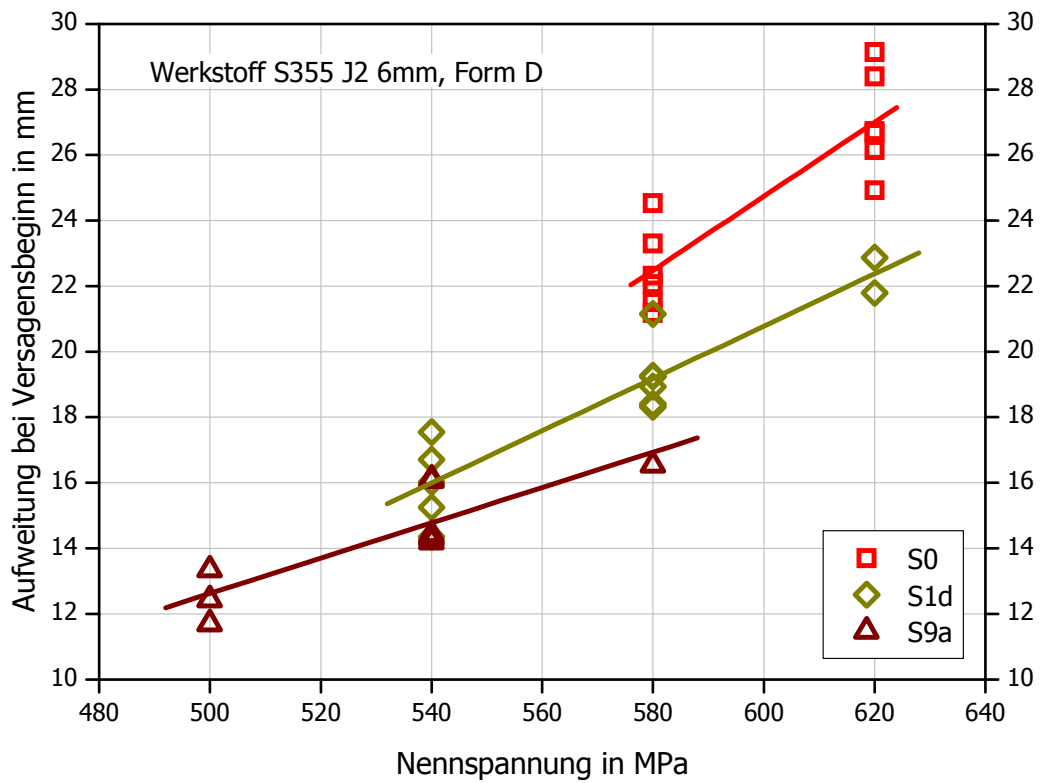


Bild 6-40: Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff S355 J2, 6mm, Form D, Auswertung der Aufweitung

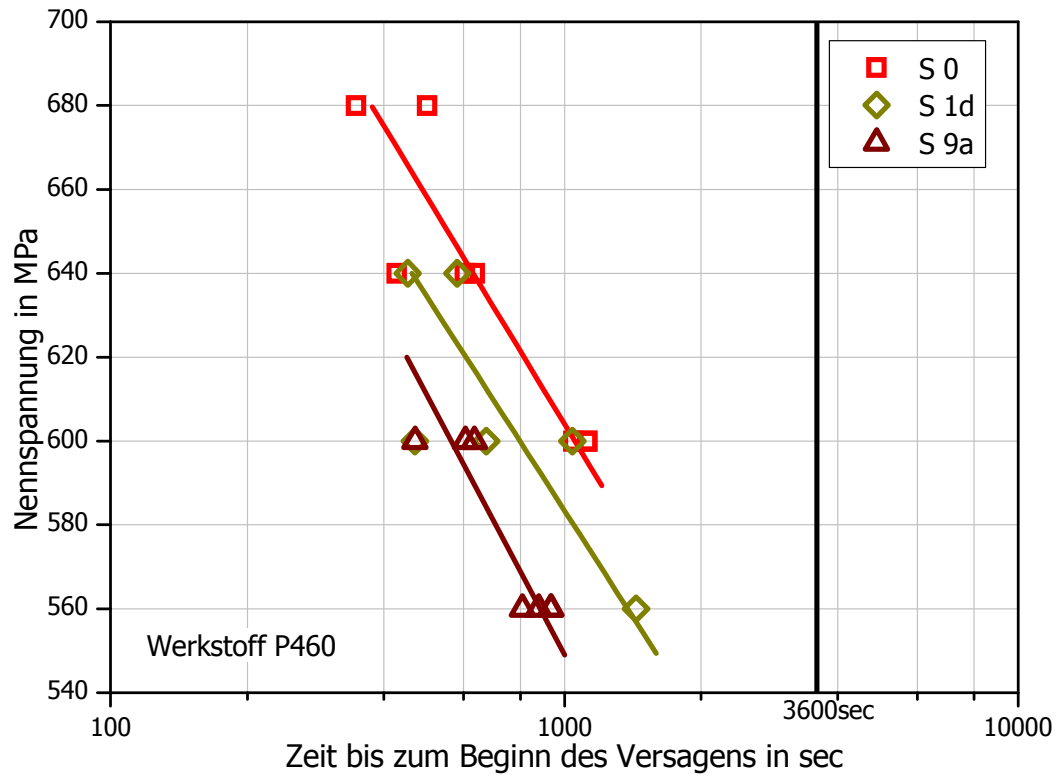


Bild 6-41: Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff P460, Auswertung der Nennspannung

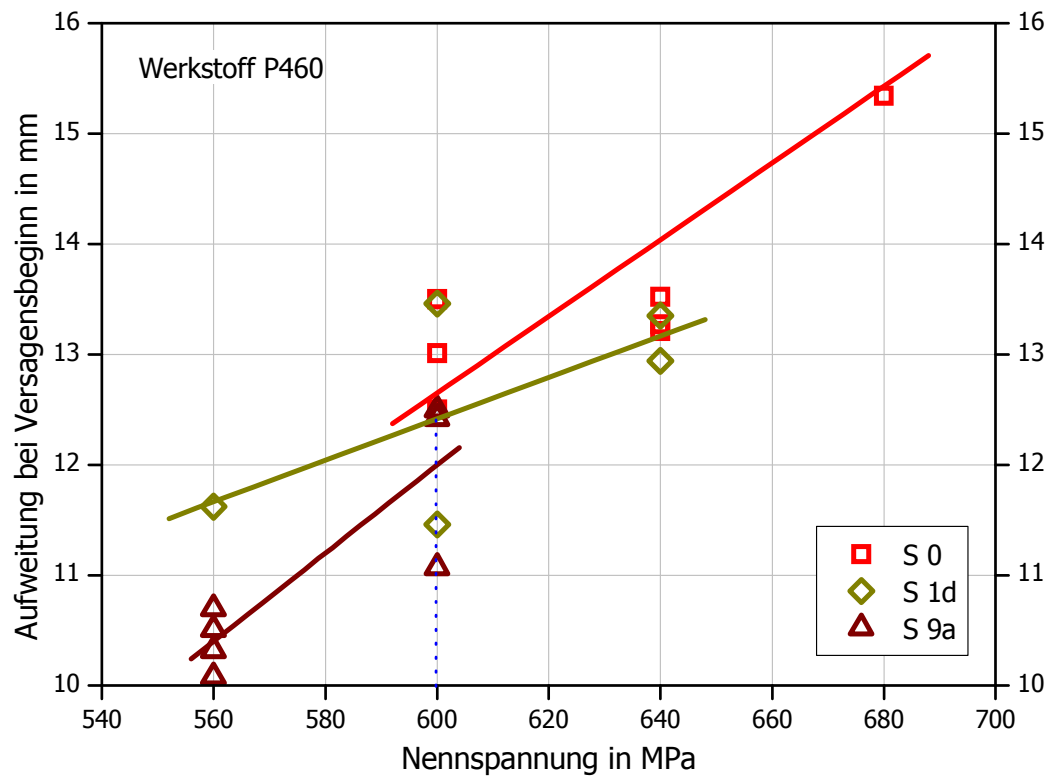


Bild 6-42: Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff P460, Auswertung der Aufweitung

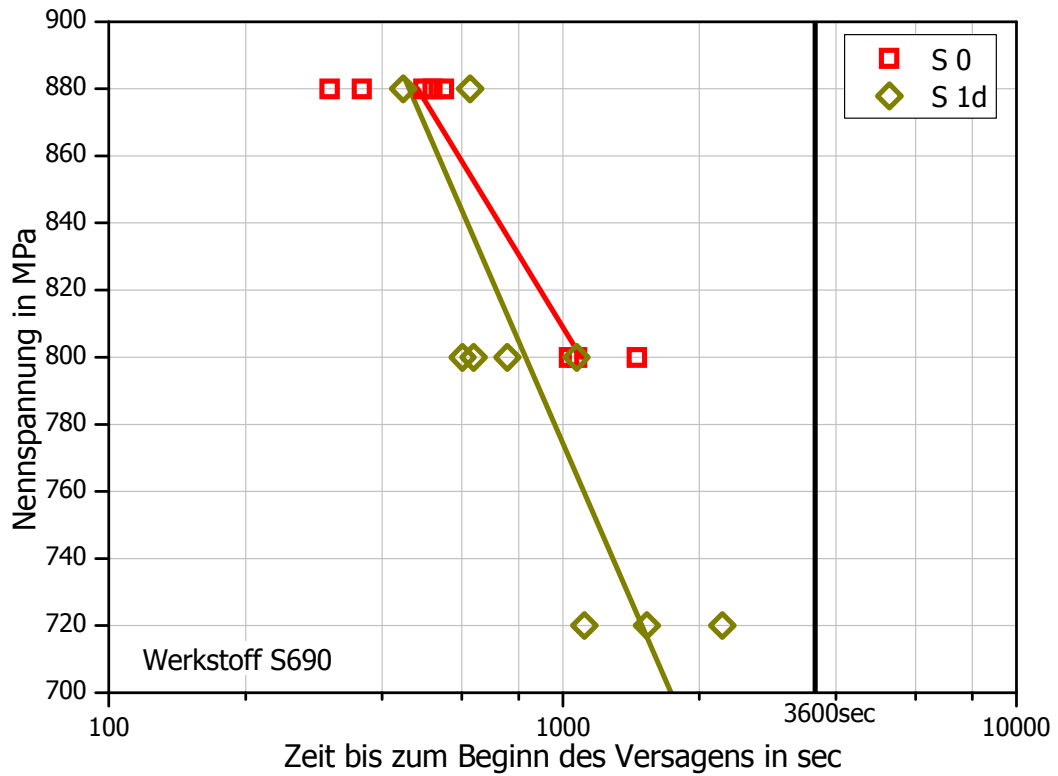


Bild 6-43: Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff S690 Q, Auswertung der Nennspannung

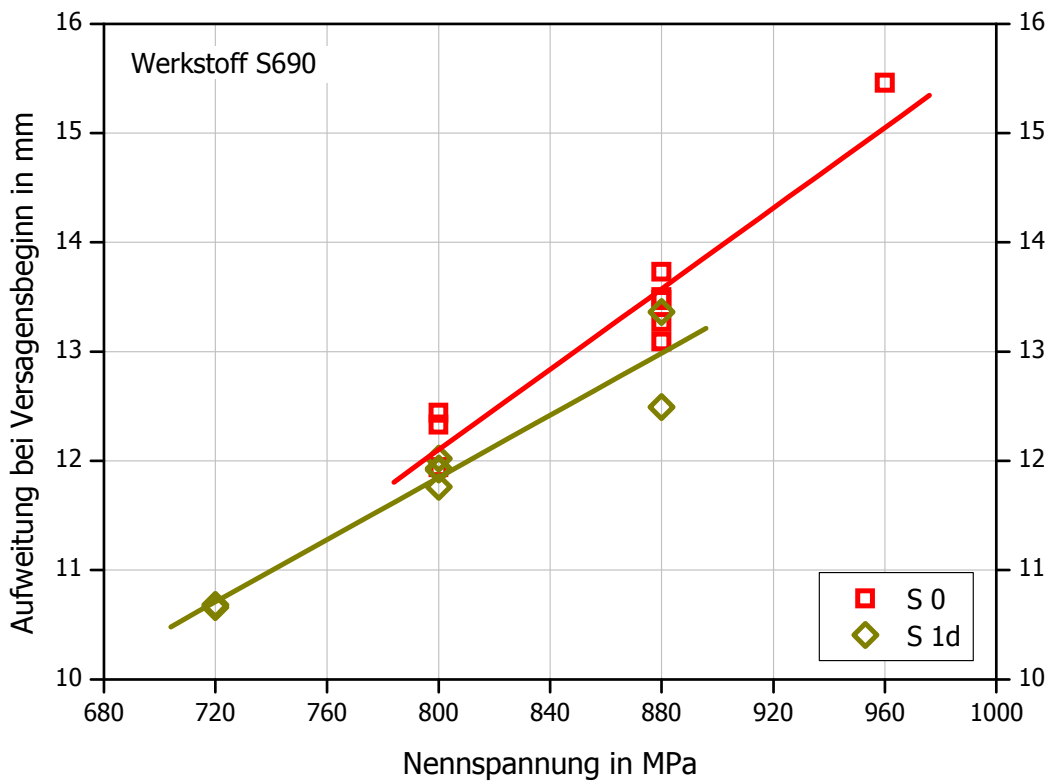


Bild 6-44: Auswertung der Zeitstandversuche mit dem Werkstoff S690 Q, Auswertung der Aufweitung

6.2.4 Metallografische Charakterisierung der im Zeitstandversuch geprüften U-Proben

Die Ergebnisse der metallografisch und mikrofraktografisch untersuchten Zeitstandversuche unterscheiden sich hinsichtlich der Bruchcharakteristik nur geringfügig von denen der Zugversuche. Daher werden hier nur beispielhafte Bilder von verzinkten Proben des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B vorgestellt.

Im Vergleich zu den Schliffbildern der in der Schmelze S0 verzinkten Proben, zeigen sich in den Schliffbildern von in der Schmelze S9a verzinkten Proben, klaffendere und weiter geöffnete Risse. Beim Vergleich der **Bilder 6-45** und **6-46** wird unter Berücksichtigung der Belastungskurve deutlich, dass die in der Schmelze S0 erreichte Aufweitung nicht alleine über die Rissöffnung zu erklären ist. Hier tragen folglich andere Mechanismen, wie z.B. die Mikrorissbildung, zur Gesamtaufweitung bei. Daher sind bei den hier gezeigten Ergebnissen in Analogie zu den Zugversuchen entsprechende Korrekturen der Aufweitungen vorzunehmen.

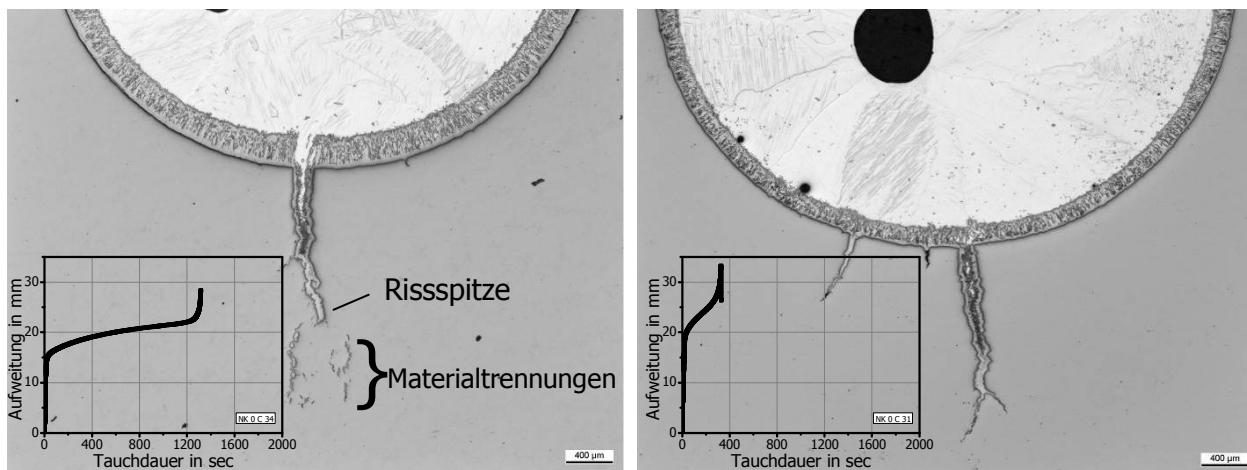


Bild 6-45: Metallografische Untersuchungen der Zeitstandversuche, Schmelze S0, 560MPa

Bild 6-46: Metallografische Untersuchungen der Zeitstandversuche, Schmelze S0, 600MPa

Unabhängig vom Werkstoff entstehen bei Verwendung von niedrig legierten Schmelzen die größten plastischen Dehnungen und bei den höher legierten Schmelzen die niedrigsten. Beispielsweise wird in der Schmelze S9a praktisch nur eine geringe plastische Dehnung erreicht, wobei der Großteil der gemessenen Aufweitung über eine oder mehrere Rissöffnungen entsteht. Bei vergleichbarer Aufweitung und Versuchsführung sind die Risse in dieser Schmelze daher klaffender (**Bilder 6-47** und **6-48**).

Die Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop ergeben in Bezug auf die zinnhaltigen Schmelzen S9a und S2d ein vergleichbares Bruchbild wie in den Zugversuchen und bleiben an dieser Stelle daher unberücksichtigt. Beispielhaft wird im **Bild 6-49** eine in der Schmelze S0 verzinkten und im REM untersuchten Probe hinsichtlich ihres Bruchbildes dargestellt. Es zeigen sich weit vor der Rissfront im markierten Bereich A zeilenartige Trennungen, die darauf hindeuten, dass sich der Riss ausgehend vom Grundmaterial senkrecht zur Bruchfläche entwickelt hat. Eine qualitative Elementanalyse mittels EDX bestätigt den Nachweis von Zink vor der Rissfront im Bereich der Stelle 1 (**Bild 6-50**). Im Zeitstandversuch bestätigt sich somit der

Hinweis über das Eindringen korngrenzenschädigender Elemente über die sichtbare Rissfront hinaus ins Grundmaterial (siehe Abschnitt 6.2.2, Bild 6-28).

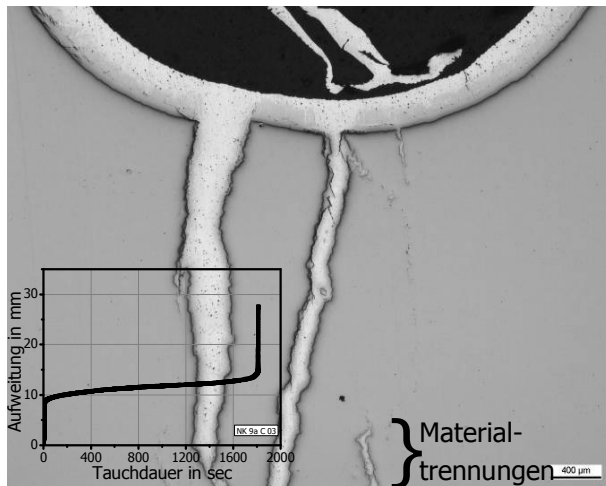


Bild 6-47: Metallografische Untersuchungen der Zeitstandversuche, Schmelze S9a, 480MPa

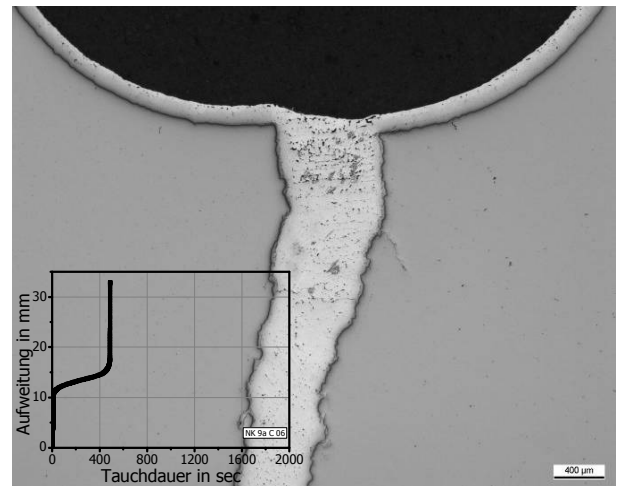


Bild 6-48: Metallografische Untersuchungen der Zeitstandversuche, Schmelze S9a, 520MPa

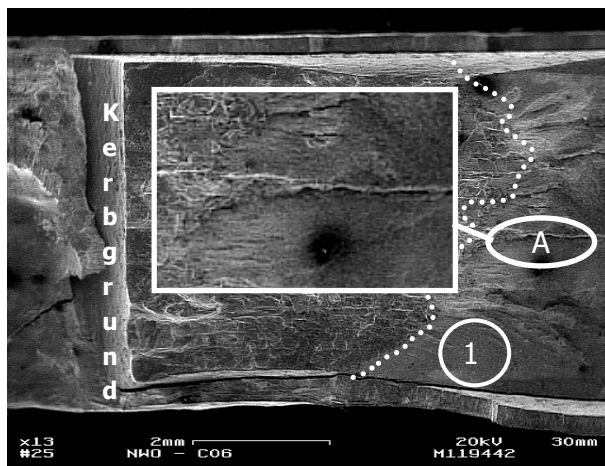


Bild 6-49: REM Untersuchung an Zeitstandversuchen, Schmelze S0, 560MPa

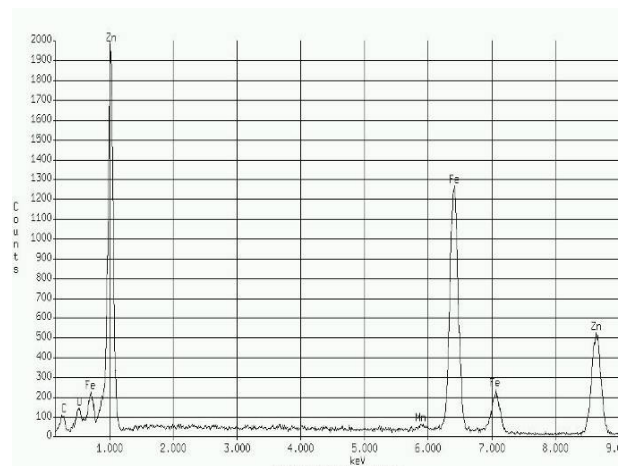


Bild 6-50: EDX Analyse an der Stelle 1 im Bild 6-49

6.2.5 Systematische Untersuchung des Einflusses der Legierungselemente auf die Versuchsergebnisse

Umfangreiche Untersuchungen zum Einfluss der Legierungselemente wurden mit dem Werkstoff S355 J2 6mm, Form B durchgeführt. Dabei wurden die Proben in Zinkschmelzen unter systematischen Zulegieren von Blei, Zinn und Wismuth (siehe Tabelle 3-5) im Zug- und im Zeitstandversuch geprüft. Die Ergebnisse hierzu sind im Anhang gezeigt, für eine ausführliche Diskussion über die Wirkung der einzelnen Elemente sei auf die Darstellung in /AIF15081N/ verwiesen. Da die Ergebnisse hier nur zusammenfassend und qualitativ erfolgen, wurde auf eine Korrektur der Aufweitungen infolge der Mikrorissbildung und auf eine Betrachtung der Dehnungen verzichtet.

Werden aus den Zugversuchen (im Anhang dargestellte Bilder 10-11 bis 10-20) die bei maximaler Nennspannung erreichten Aufweitungen jeweils über die Summe von Blei, Zinn und Wismuth aufgetragen, so zeigt sich bei der Versuchsführung TL ($v_T=0,05\text{mm/sec}$) mit zunehmenden Anteilen der Legierungselemente ein Rückgang der ertragbaren Aufweitungen (**Bild 6-51**). Bei der Versuchsführung TS ($v_T=1,00\text{mm/sec}$) ergibt sich die gleiche Tendenz, wobei die Unterschiede zwischen den einzelnen Schmelzen größer sind und sich ein Unterschied zwischen den rein *bleilegierten* Schmelzen und den *blei-* und *zinnhaltigen* Schmelzen abzeichnet (**Bild 6-52**). Bei dieser Versuchsführung ist in den rein bleilegierten Schmelzen (blaue Quadrate) deutlich mehr Aufweitung möglich als in den übrigen Schmelzen, in denen Zinn in unterschiedlichen Konzentrationen enthalten ist (Ausnahme Reinzinn). Somit wird die Bedeutung des Legierungselements Zinn auf das LMAC Risikopotenzial für diesen Werkstoff unter den gegebenen Versuchsbedingungen untermauert.

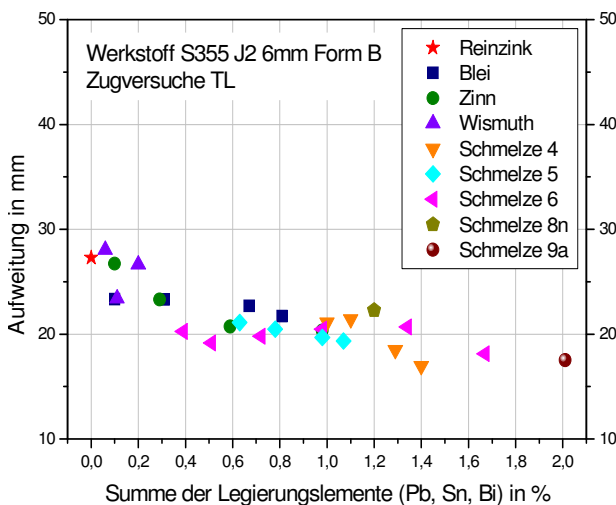


Bild 6-51: Einfluss der Legierungselemente auf die erreichten Aufweitungen, Zugversuch TL

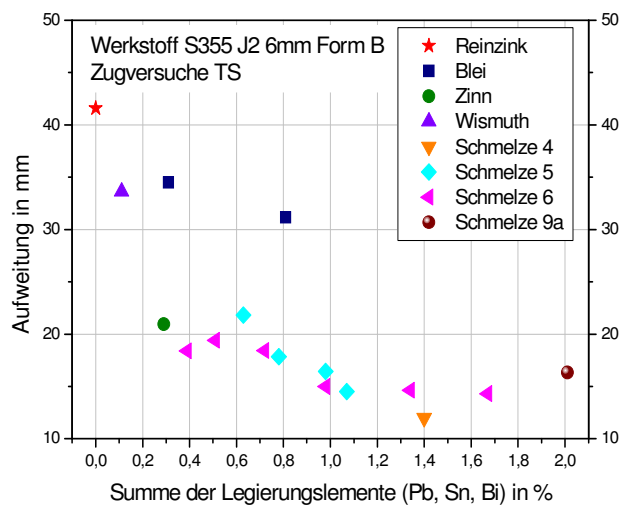


Bild 6-52: Einfluss der Legierungselemente auf die erreichten Aufweitungen, Zugversuch TS

Entsprechend der vorher beschriebenen Vorgehensweise werden aus den im Anhang dargestellten Diagrammen 10-21, 10-23, 10-25, 10-27, 10-29, 10-31 und 10-33 (Zeitstandversuche) die bei 800sec Tauchdauer maximal ertragbaren Nennspannungen ausgelesen und im **Bild 6-53** über die Summe der Legierungselemente aufgetragen. Es zeigt sich auch hier ein deutlicher Rückgang der maximal ertragbaren Nennspannung (bei 800sec Tauchdauer) mit zunehmendem Gehalt an Blei, Zinn und Wismuth. Die Auswertung der Aufweitungen erfolgt über die zuvor bestimmten Nennspannungen bei 800sec Tauchdauer. Aus den im Anhang dargestellten Diagrammen 10-22, 10-24, 10-26, 10-28, 10-30, 10-32 und 10-34 werden die bei den jeweiligen Nennspannungen maximal ertragbaren Aufweitungen (bei 800sec Tauchdauer) bestimmt (**Bild 6-54**). Die Streuungen sind innerhalb der einzelnen Schmelzen zum Teil recht groß, die Tendenz ist jedoch eindeutig. Das bedeutet, dass mit zunehmendem Gehalt der Legierungselemente Blei, Zinn und Wismuth bei Verwendung des Werkstoffs S355 J2 6mm und der Form B unabhängig von der Versuchsführung das LMAC Risikopotenzial von Zinkschmelzen signifikant erhöht wird.

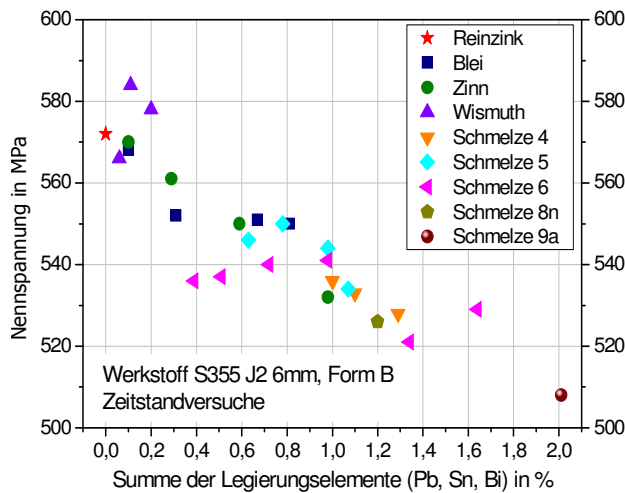


Bild 6-53: Einfluss der Legierungselemente auf die maximal ertragbaren Nennspannungen bei 800sec, Zeitstandversuch

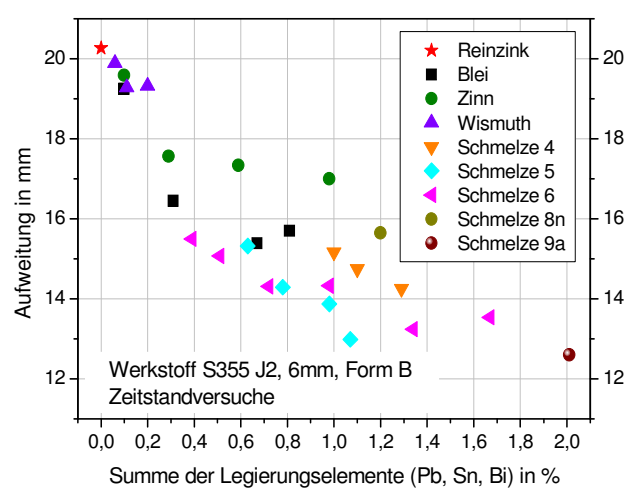


Bild 6-54: Einfluss der Legierungselemente auf die maximal erreichbaren Aufweitungen bei 800sec, Zeitstandversuch

6.2.6 Besondere Aspekte zu den metallografischen Untersuchungen

Die in den Abschnitten 6.2.2 und 6.2.4 gezeigten metallografischen Untersuchungen bilden den Zustand ab, der in einem Querschliff in der Probenmitte vorherrscht. Theoretische Überlegungen zum ebenen Dehnungszustand kommen zu dem Schluss, dass sich, geometrisch gesehen, die Rissfront hier am weitesten ausgeprägt hat. Bei Untersuchungen der (freigelegten) Bruchflächen von verzinkten U-Proben im REM zeigen sich allerdings vereinzelt zwei voneinander (fast) unabhängige Rissfronten (**Bilder 6-55, 6-56, 6-23, 6-30 und 6-32**). Bei einem wie im Abschnitt 4.3 beschriebenen Flachschnitt an Proben des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B würde sich lediglich der jeweils markierte Bereich als Riss detektieren lassen (gestrichelte Linie).

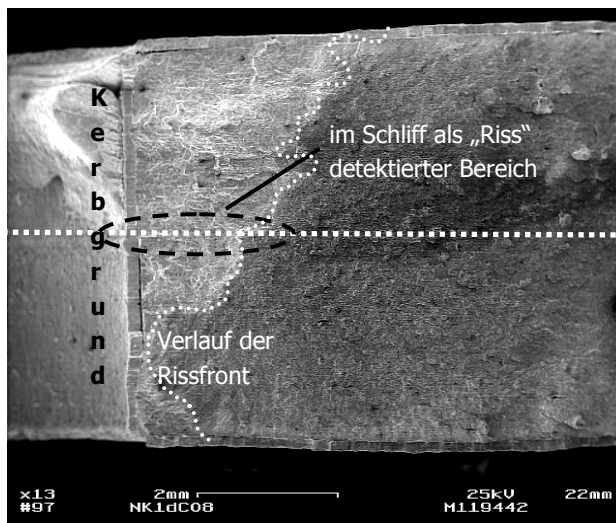


Bild 6-55: REM Untersuchung Schmelze S1d, Zeitstandversuch 560MPa

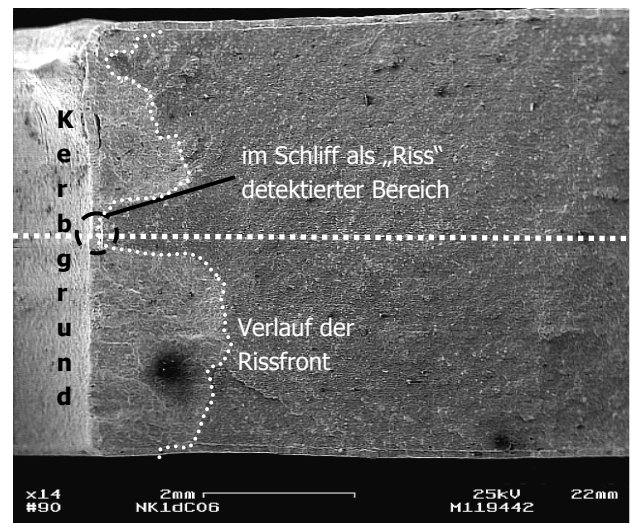


Bild 6-56: REM Untersuchung Schmelze S1d, Zeitstandversuch 600MPa

Die in den Bildern gezeigten Beispiele machen deutlich, dass sich in den metallografischen Untersuchungen am Schliff die räumliche Rissausdehnung nicht ohne weiteres erfassen lässt, die Kenntnis darüber jedoch für ein weitreichendes Verständnis des Rissverlaufs zwingend erforderlich ist. Die Gefahr von Fehlinterpretationen bzgl. der Risscharakterisierung ist bei einer Auswertung nach dem beschriebenen Verfahren hoch. Die Erkenntnisse decken sich mit Erfahrungen aus dem Experiment: Bei im Zeitstandversuch geprüften und metallografisch untersuchten Proben wurden im Schliff teilweise nur sehr wenige bis gar keine Risse festgestellt, während im Versuchsverlauf (Belastungskurve) der Anriss infolge des Ansteigens der Traversengeschwindigkeit eindeutig war (siehe Bild 5-7, Bereich III).

An der Stelle können computertomografische Untersuchungen wesentlich zum Erkenntnisgewinn beitragen. Diese Art der Untersuchung erfasst und analysiert die dreidimensionale Ausbreitung der Risse, wie **Bild 6-57** beispielhaft anhand eines Teilstücks einer im Rahmen des Gemeinschaftsprojekts /IGF265ZBG/ verwendeten Compact Tension Probe (CT Probe) illustriert. Der durch den Verzinkungsversuch entstandene Riss in der Probe wurde freigelegt und computertomografisch untersucht. Die im Bild farblich gekennzeichneten Bereiche zeigen die einzelnen Betrachtungsebenen (grün, rot und blau) im untersuchten Teilstück, ausgehend von der dreidimensionalen Darstellung im Bild 6-57 rechts unten. Jede der drei Ebenen kann individuell gesetzt werden, sodass jedes beliebige Volumenelement der Probe betrachtet werden kann. Mittels einer entsprechenden Rekonstruktionssoftware kann ein vollständiges dreidimensionales Bild des makroskopisch nicht sichtbaren mit Zink verfüllten Risses extrahiert werden. Dadurch ist eine Aussage darüber, ob und wie der Riss verzweigt (verästelt) ist und wie viele Nebenrisse vorhanden sind, die sich möglicherweise vereinen, möglich.

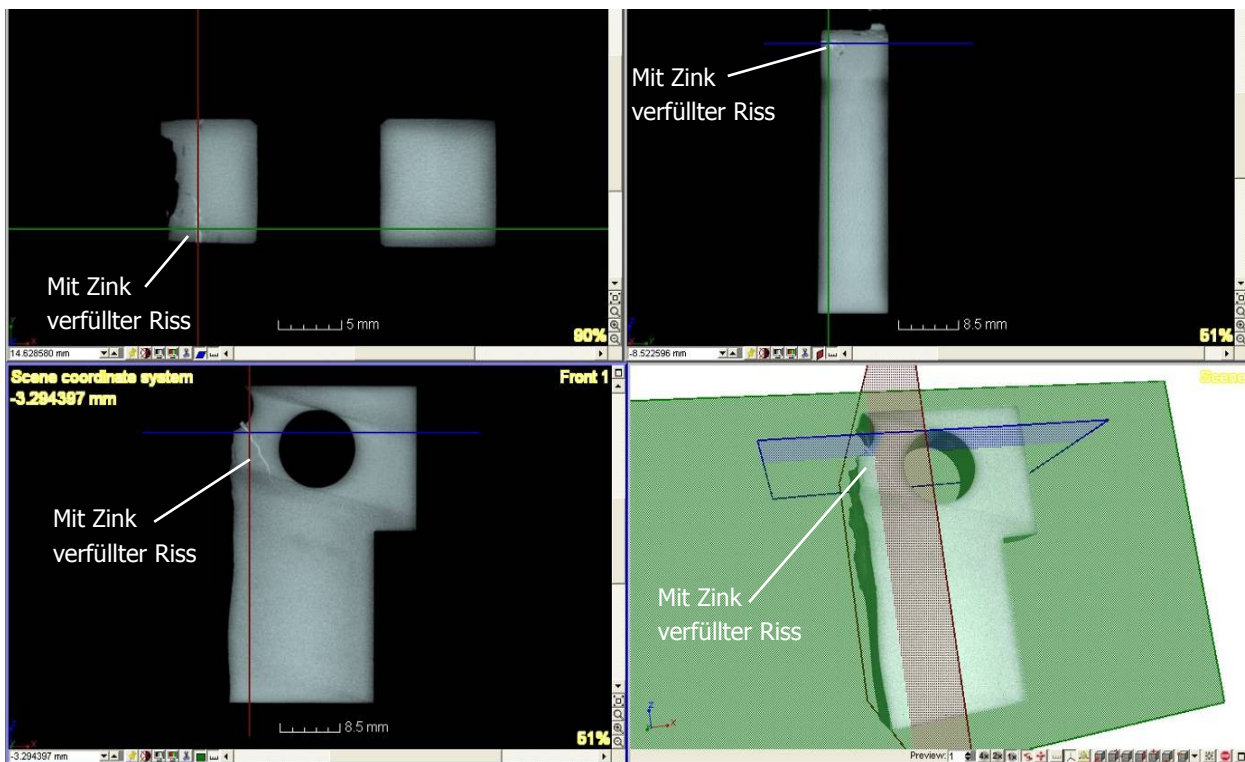


Bild 6-57: In einer computertomografisch untersuchten CT Probe detektierter Verzinkungsrisse in mehreren Blickenebenen betrachtet /GES2012/

6.3 Vergleich der Dehnungen aus den Zug- und Zeitstandversuchen

Um die in den Zug- und Zeitstandversuchen ermittelten Aufweitungen in plastische Dehnungen $\varepsilon_{p,c}$ bzw. $\varepsilon_{p,c,korr}$ umzurechnen, wurden die im Abschnitt 5.6 mittels der FEM Simulation diskutierten Berechnungen verwendet. Über das entsprechende aus den Warmzugversuchen ermittelte Werkstoffgesetz kann mit der jeweiligen verwendeten Probenform der Zusammenhang von experimentell gemessener Aufweitung (Traversenweg) und der plastischen Vergleichsdehnung hergestellt werden. Die aus den *Zugversuchen* ermittelten Aufweitungen können direkt aus dem Bild 5-13 in die entsprechenden Dehnungen umgerechnet werden, wobei es zunächst unerheblich ist, ob die Aufweitungen $v_{LL,c}$ oder die um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen $v_{LL,c,korr}$ herangezogen werden.

Beim *Zeitstandversuch* werden die Versuche über die Tauchdauer ausgewertet, die Ergebnisse können daher nur indirekt in Dehnungen umgerechnet werden. Für die Umrechnung wurde eine für die Praxis übliche Verzinkungszeit von 800sec festgelegt und über die Diagramme 6-37, 6-39, 6-41 und 6-43 die für diese Tauchdauer maximal zulässige Nennspannung ausgelesen. Über die Auftragung der erreichten Aufweitung über die angelegte Nennspannung (Bilder 6-38, 6-40, 6-42 und 6-44) wurde anschließend mittels der zuvor bestimmten Nennspannung die nicht-korrigierte Aufweitung für eine Tauchdauer von 800sec ermittelt und mit dem Ergebnis der FEM Rechnung aus Abschnitt 5.6 in die nicht-korrigierten Dehnungen umgerechnet.

Die Bestimmung der um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen erfolgt über die im Zeitstandversuch in der Salzsäure bei 800sec Tauchdauer gemessenen Aufweitungen (für den Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, siehe Bild 5-8), die als Funktion über die angelegte Nennspannung dargestellt werden (**Bild 6-58**). Somit kann zu jeder beliebigen Spannung die in der Salzsäure erreichte Aufweitung bestimmt werden.

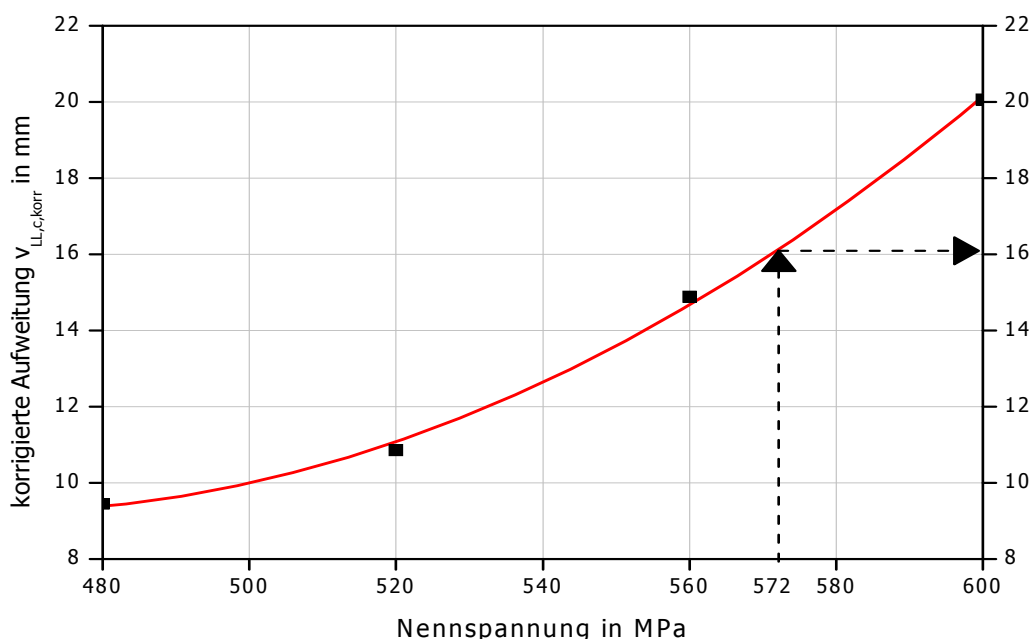


Bild 6-58: In der Salzsäure bestimmte (korrigierte) Aufweitungen für 800sec Tauchdauer, dargestellt als Funktion der Nennspannung, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B, (siehe Bild 5-8)

Nachfolgend wird die beschriebene Vorgehensweise beispielhaft anhand der im Reinzink durchgeführten Versuche am Werkstoff S355 J2 6mm, Form B erläutert.

Für eine Tauchdauer von 800sec beträgt im Reinzink die für eine rissfreie Verzinkung maximal zulässige (dauerhafte) Belastung, 572MPa (**Bild 6-59**). Aus **Bild 6-60** ergibt sich dazu eine nicht-korrigierte Aufweitung von 20,3mm (nicht korrigiert). Die um die Mikrorissbildung korrigierte Aufweitung wird über die vorher bestimmte maximal zulässige Nennspannung von 572MPa gemäß Bild 6-58 zu 16,1mm (korrigiert) bestimmt. Über die FEM Rechnung aus **Bild 6-61** (siehe auch Bild 5-13) werden die plastischen Vergleichsdehnungen 9,3% (korrigiert) und 13,4% (nicht korrigiert) ermittelt.

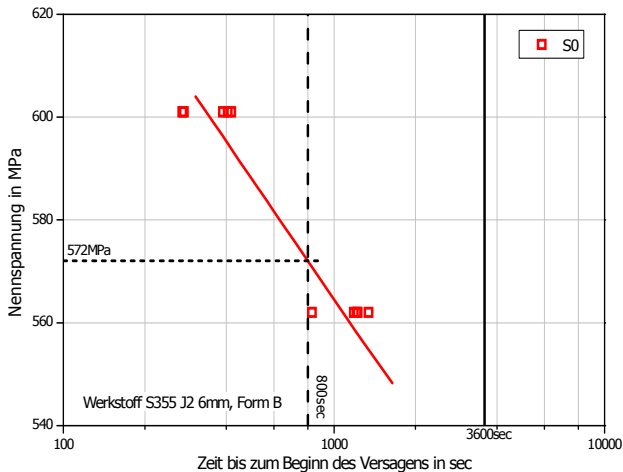


Bild 6-59: Bestimmung der maximal ertragbaren Nennspannung bei einer Tauchdauer von 800sec

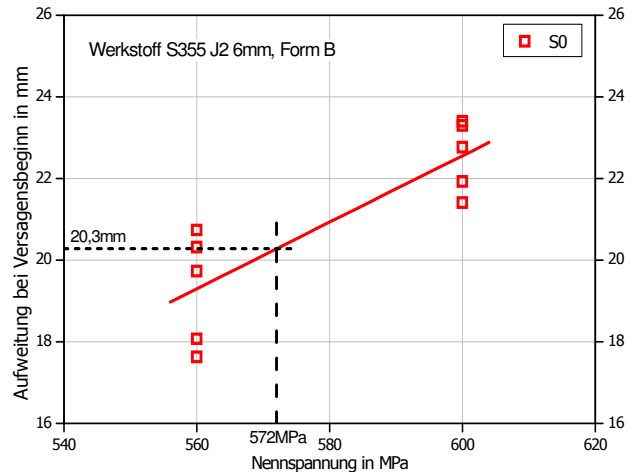


Bild 6-60: Bestimmung der maximal ertragbaren Aufweitung bei einer Tauchdauer von 800sec

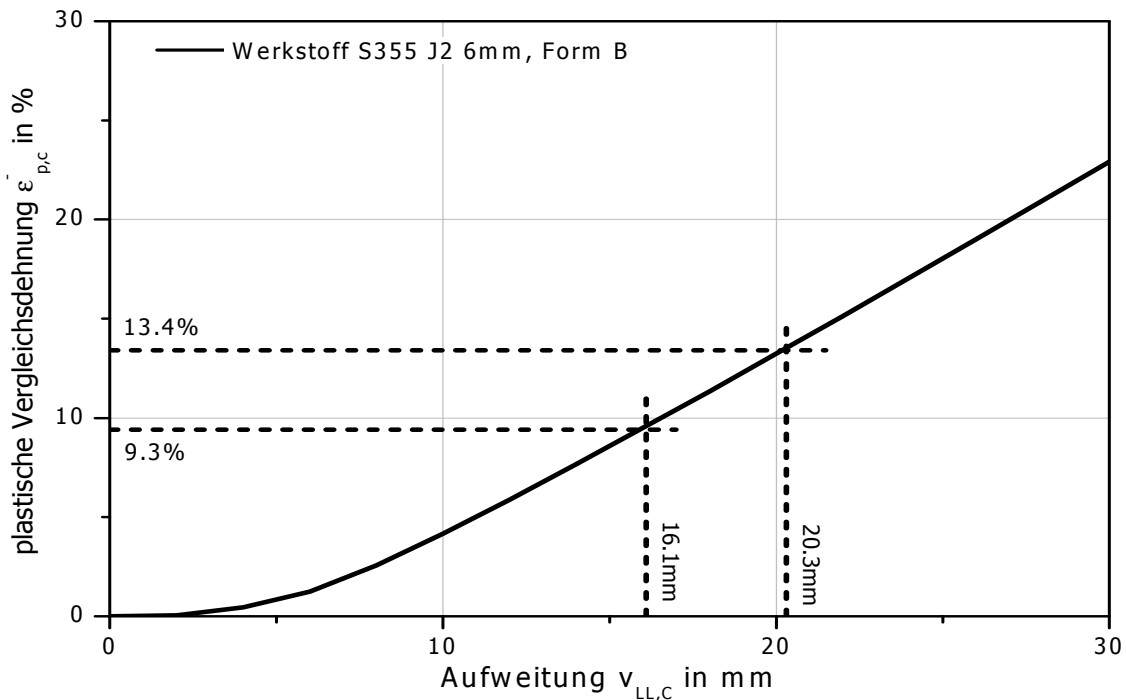


Bild 6-61: Zur Herleitung der plastischen Vergleichsdehnung $\epsilon_{p,c}^-$

In der **Tabelle 6-2** sind die aus den Belastungs-Aufweitungs Diagrammen der Zugversuche berechneten kritischen Aufweitungen, die um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen und die entsprechenden korrigierten plastischen Dehnungen der im Abschnitt 6.2.1 diskutierten Versuchsreihen, dargestellt. Da die Schmelze S2b ausschließlich mit dem Werkstoff S355 J2 6mm, Form B untersucht wurde, bleiben diese Ergebnisse bei den nachfolgenden Betrachtungen unberücksichtigt.

In der **Tabelle 6-3** sind die aus den Zeitstandfestigkeitsgeraden der Zeitstandversuche berechneten kritischen Aufweitungen, die um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen und die entsprechenden korrigierten plastischen Dehnungen der im Abschnitt 6.2.3 diskutierten Versuchsreihen, dargestellt. Die mit dem Werkstoff S355 J2 6mm, Form B erzielten Ergebnisse in der Schmelze S2b bleiben hier ebenfalls unberücksichtigt.

Bei den eingeklammerten Daten liegen die ermittelten Werte der um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen geringfügig über den Werten der nicht korrigierten Aufweitungen. Der Grund hierfür liegt darin, dass der Verlauf der Salzsäure in dem relevanten Spannungsbereich eine höhere Aufweitung aufweist als die zu vergleichende Kurve in der Zinkschmelze, sodass bei Berücksichtigung einer Korrektur ein höherer Wert ermittelt wird (negative Korrektur). Als Beispiel hierfür ist der Kurvenverlauf der Schmelze S9a im Vergleich zum Kurvenverlauf der Schmelze SN im Bild 6-14 zu betrachten. Die Ursache für die Abweichung der Belastungskurven ab etwa 650MPa dürfte hierbei größtenteils in allgemeinen Streuungen liegen, die aus Versuchsführung und -auswertung resultieren (siehe Abschnitt 6.6). Sämtliche Versuche wurden zwar im Rahmen des experimentell möglichen und vertretbaren Aufwands statistisch abgesichert, die Auswirkungen von Streuungen sind vor allem bei grafischen Auswertungen nie vollständig auszuschließen (siehe z.B. Vorgehensweise in den Bildern 6-59 bis 6-61).

Tabelle 6-2: Kritische Aufweitungen $v_{LL,C}$, korrigierte Aufweitungen $v_{LL,C,korr}$ und kritische korrigierte Dehnungen $\epsilon_{p,C,korr}^-$ abgeleitet aus den Kraft - Weg Diagrammen der Zugversuche (Versuchsführung TL und TS)

		Schmelze S0			Schmelze S1d			Schmelze S9a		
		$v_{LL,C}$ in mm	$v_{LL,C,korr}$ in mm	$\epsilon_{p,C,korr}^-$ in %	$v_{LL,C}$ in mm	$v_{LL,C,korr}$ in mm	$\epsilon_{p,C,korr}^-$ in %	$v_{LL,C}$ in mm	$v_{LL,C,korr}$ in mm	$\epsilon_{p,C,korr}^-$ in %
S355 J2 6mm, B	TL	27,4	19,4	12,7	21,4	18,6	12,0	18,2	13,8	7,7
	TS	41,4	25,2	17,5	31,7	17,1	10,6	16,2	10,2	4,3
S355 J2 6mm, D	TL	31,7	26,2	14,9	22,9	19,5	9,7	20,2	17,9	8,4
	TS	52,5	29,3	17,4	35,0	19,6	9,8	14,9	10,0	2,9
S355 J2 10mm	TL	32,0	26,0	11,6	26,8	26,5	11,9	19,4	(19,5)	(7,4)
	TS	53,8	35,8	18,3	39,8	31,2	15,1	14,4	12,1	3,1
P460	TL	24,0	18,4	4,3	19,0	16,7	3,6	16,7	16,0	3,3
	TS	42,3	25,2	7,5	34,8	20,8	5,3	12,3	10,1	1,6
S690 Q	TL	19,3	17,0	2,9	17,9	16,8	2,8	13,5	13,3	1,7
	TS	25,5	17,2	3,0	24,1	17,5	3,1	11,6	10,7	1,1

Tabelle 6-3: Kritische Aufweitungen $v_{LL,C}$, korrigierte Aufweitungen $v_{LL,C,korr}$ und kritische korrigierte Dehnungen $\epsilon_{p,c,korr}^-$ abgeleitet aus den Zeitstandfestigkeitsgeraden der Zeitstandversuche (Versuchsführung C)

		Schmelze S0	Schmelze S1d	Schmelze S9a
Werkstoff S355 J2 6mm, Form B	$v_{LL,C}$ in mm	20,3	15,8	12,6
	$v_{LL,C,korr}$ in mm	16,1	13,6	10,4
	$\epsilon_{p,c,korr}^-$ in %	9,3	7,1	4,6
Werkstoff S355 J2 6mm, Form D	$v_{LL,C}$ in mm	22,0	18,2	15,3
	$v_{LL,C,korr}$ in mm	21,9	17,7	(15,5)
	$\epsilon_{p,c,korr}^-$ in %	11,5	8,3	(6,7)
Werkstoff P460	$v_{LL,C}$ in mm	13,7	12,4	10,9
	$v_{LL,C,korr}$ in mm	13,4	12,3	(11,1)
	$\epsilon_{p,c,korr}^-$ in %	2,5	2,2	(1,8)
Werkstoff S690 Q	$v_{LL,C}$ in mm	13,0	12,0	---
	$v_{LL,C,korr}$ in mm	12,7	11,8	---
	$\epsilon_{p,c,korr}^-$ in %	1,5	1,3	---

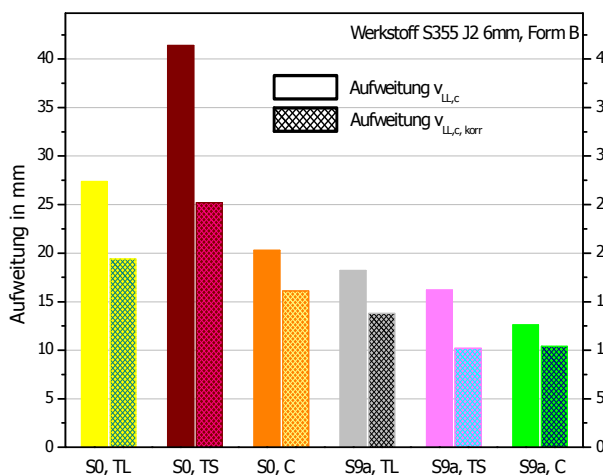


Bild 6-62: Vergleich der korrigierten und nicht-korrigierten Aufweitungen aus den Zug (TL/TS) - und Zeitstandversuchen (C), Werkstoff S355 J2 6mm, Form B

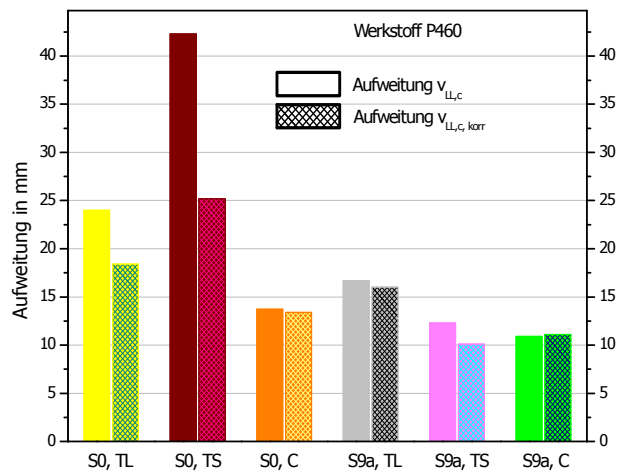


Bild 6-63: Vergleich der korrigierten und nicht-korrigierten Aufweitungen aus den Zug (TL/TS) - und Zeitstandversuchen (C), Werkstoff P460

Im Vergleich zum Werkstoff P460 zeigt der Werkstoff S355 J2 6mm, Form B bei den betrachteten Schmelzen S0 und S9a bei allen Versuchsführungen relativ große Unterschiede zwischen den im Versuch gemessenen kritischen Aufweitungen $v_{LL,C}$ mit und ohne Korrektur (**Bild 6-62**). Allerdings sind innerhalb einer Versuchsführung (TL, TS, C) die Differenzen in den Aufweitungen zwischen korrigiertem und nicht korrigiertem Wert in der Schmelze S9a geringer als die in der Schmelze S0, was den besonderen Einfluss des Legierungselements Zinn bestätigt.

Insbesondere bei dem härtesten Werkstoff P460 in Verbindung mit der mit 1% Blei und 1% Zinn legierten Zinkschmelze S9a sind innerhalb einer Versuchsführung kaum Unterschiede zwischen korrigierter und nicht korrigierter Aufweitung zu erkennen, sodass hier unter den gewählten Versuchsbedingungen die Mikrorissbildung nicht zum Tragen kommt und auf eine Korrektur generell verzichtet werden kann (**Bild 6-63**). Darüberhinaus zeigt sich in den Bildern 6-62 und 6-63, dass mit dem Zeitstandversuch generell die niedrigsten maximal zulässigen Aufweitungen erzielt werden. Unter dem Aspekt eines zu ermittelnden Grenzwertes der Aufweitung (Dehnung) sind diese Versuche daher zu bevorzugen.

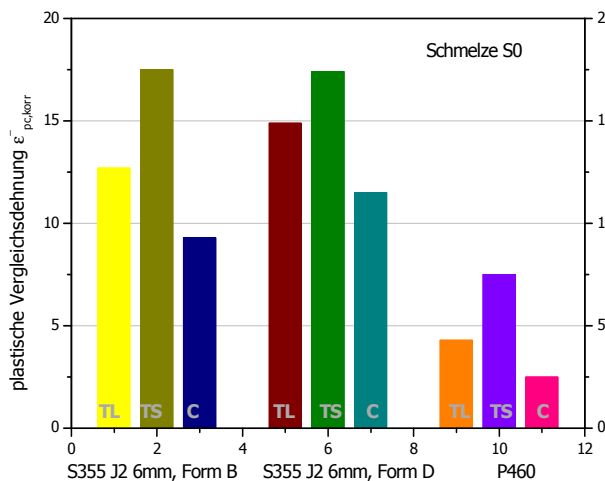


Bild 6-64: Vergleich der um die Mikrorissbildung korrigierten Dehnungen aus den Zug (TL/TS) - und Zeitstandversuchen (C), Schmelze S0

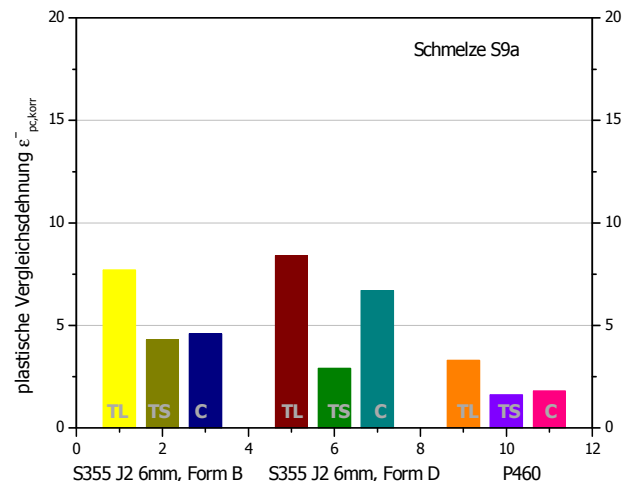


Bild 6-65: Vergleich der um die Mikrorissbildung korrigierten Dehnungen aus den Zug (TL/TS) - und Zeitstandversuchen (C), Schmelze S9a

Beim Vergleich der um die Mikrorissbildung korrigierten plastischen Vergleichsdehnungen (**Bilder 6-64** und **6-65**) wird deutlich, dass die Ergebnisse nicht nur werkstoffspezifisch sind sondern darüberhinaus von der Versuchsführung und von der Probenform abhängen. Beispielsweise sind die Werte für den Werkstoff S355 J2, 6mm im schnellen Zugversuch der Schmelze S0 und den Probenformen B und D fast identisch. In der Schmelze S0 hingegen werden im langsamen Zugversuch und dem Zeitstandversuch unter Verwendung der Probenform D tendenziell höhere Werte erzielt. Im Vergleich zu den in der Schmelze S0 durchgeführten Versuchen, werden in der Schmelze S9a bei beiden Probenformen in etwa vergleichbare Werte für den langsamen Zugversuch ermittelt. In dieser Schmelze werden bei allen Werkstoffen, Probenformen und Beanspruchungssituationen relativ niedrige Werte der plastischen Dehnungen erzielt, was das hohe LMAC Risikopotenzial der Schmelze S9a verdeutlicht. Aufgrund der aufgezeigten Ergebnisse ist festzustellen, dass die plastische Vergleichsdehnung keinesfalls als universelle Größe zur Ermittlung der maximal zulässigen Dehnungen auf ein Bauteil übertragen werden darf. Sie ist immer probenformabhängig und versuchs- und damit dehnratenabhängig.

Grundsätzlich können die experimentellen Ergebnisse an der hier verwendeten U-Probe der Form D mit den Ergebnissen an der an der RWTH Aachen verwendeten LNT Probe verglichen werden. Der rechnerische Nachweis über die Vergleichbarkeit der beiden Probenformen ist hierzu im Abschnitt 3 dargestellt. Aufgrund unterschiedlicher Dehnraten in den Versuchen mit der Probenform D und LNT /IGF265ZBG/, wurde auf eine Gegenüberstellung verzichtet.

6.4 Messunsicherheiten

Das Betrachten von Messungenauigkeiten und deren mögliche Ursachen ist ein wesentlicher Aspekt bei der Bewertung und Einordnung der eigenen Ergebnisse. Messungenauigkeiten (im allgemeinen als „Fehler“ bezeichnet) finden sich bei allen physikalisch-technischen Messungen wieder. Dabei wird prinzipiell zwischen systematischen und statistischen Fehlern unterschieden. Systematische Abweichungen werden oftmals unterschätzt /DEM1994/ und sind auf den ersten Blick schwer zu erkennen. Im Vergleich dazu fallen statistische Abweichungen sofort ins Auge. Während die ersteren mit verhältnismäßig wenig Aufwand mathematisch korrigiert werden können, sind bei letzteren die allgemeinen mathematischen Beschreibungen der Statistik anzuwenden. Grundsätzlich sind alle die Messgröße betreffenden Unsicherheitsfaktoren in die Fehlerrechnung mit einzubeziehen. Daher ist die absolute Anzahl möglicher Fehlerquellen generell so gering wie möglich zu halten.

In den nachfolgenden Betrachtungen wurden die Unsicherheitsquellen untersucht, die einen wesentlichen Einfluss auf die Ergebnisse haben könnten. Unberücksichtigt bleiben zunächst Kalibrier-, Justier- und Ablesetoleranzen von Geräten und Messeinrichtungen.

Gesondert untersucht wurden:

- Füllstand des Tiegels,
- Temperatur der Zinkschmelze,
- Versuchsführung und Statistik,
- Messung der Kerbgeometrie mittels Messschieber und
- Sonstige Einflüsse wie z.B. chemische Analyse der Zinkschmelze, Anlagensteuerung.

6.4.1 Einfluss des Tiegelfüllstands auf die Versuchsergebnisse

Im Verlauf der Versuche findet immer ein Austrag an Schmelze statt, wodurch das tatsächliche Schmelzenvolumen im Tiegel stetig abnimmt und damit einhergehend die Tauchtiefe der Probe in der Schmelze stetig zurückgeht. Daher ist zu untersuchen, in welchem Umfang der beschriebene Effekt zu einer Beeinflussung der Ergebnisse aus den Versuchen führt.

Der Tiegel mit der Salzschnmelze wurde unter ansonsten gleichen Versuchsbedingungen (Werkstoff S355 J2 6mm Form D, Versuchsführung TL) einmal verhältnismäßig hoch mit Salz befüllt und ein weiteres Mal mit so wenig Salz, dass die Kerbe gerade noch mit Schmelze bedeckt war (**Bild 6-66**). Zum Vergleich wurde noch ein „normaler“ Füllstand geprüft. Die Mittelwertskurven in Bild 6-66 wurden mit jeweils drei Einzelversuchen belegt.

Wie im Bild dargestellt, ergeben alle bei den drei untersuchten Füllständen durchgeführten Versuche fast exakt dieselben Verläufe. Ein Einfluss des Füllstandes auf die Ergebnisse kann somit ausgeschlossen werden.

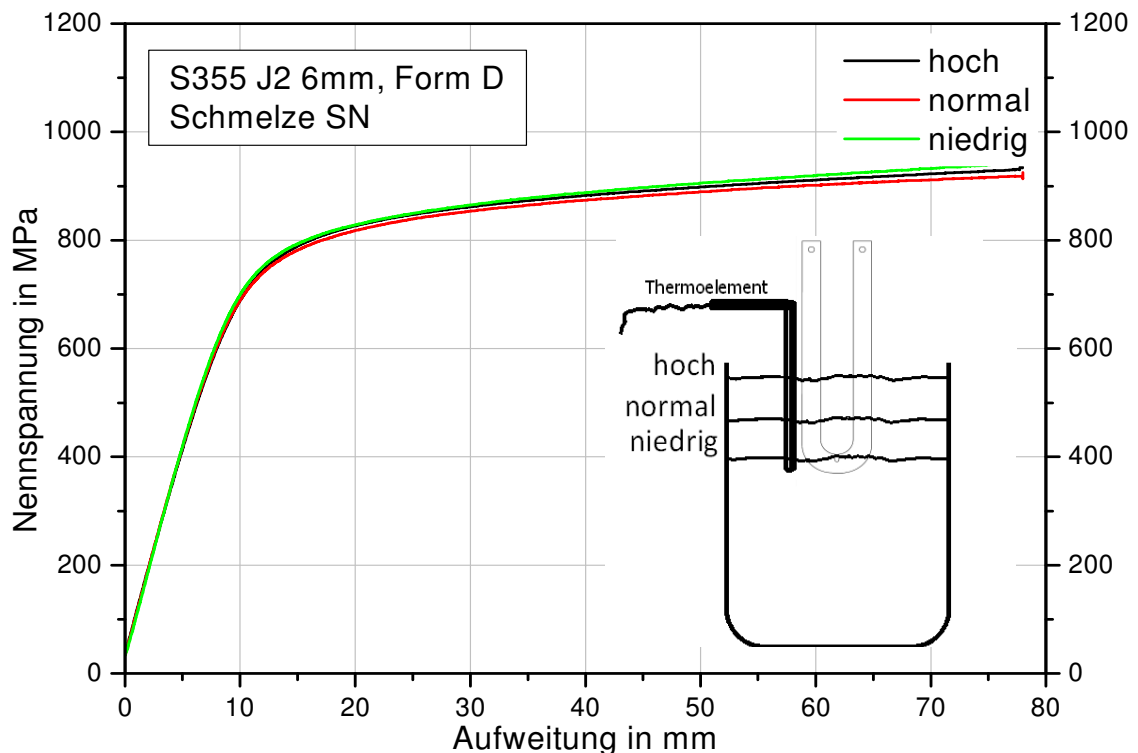


Bild 6-66: Einfluss des Tiegelfüllstand auf den Versuchsverlauf in der Salzschnmelze SN im Zugversuch TL mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form D

6.4.2 Einfluss der Temperatur der Zinkschnmelzen

Die im Kessel in Tauchtiefe mit einem Thermoelement gemessene und mittels einer Software ausgelesene Temperatur streut unsystematisch um rund $\pm 5^\circ\text{C}$ um einen Mittelwert. Ursächlich hierfür sind zum einen die verschiedenen zusammengesetzten Zinkschnmelzen mit unterschiedlichen Wärmeübergangskoeffizienten (siehe Abschnitt 6.6), zum anderen die thermische Trägheit des Gesamtsystems, der Gehalt an Eisen in der Schnmelze und die Regelparameter des Ofens. Die Regelparameter sind bei allen Versuchen unverändert. Eine Untersuchung über den Einfluss der Regelparameter hätte einen grundlegenden Eingriff in die Ofenkonfiguration in Verbindung mit einer gravierenden Änderung der Versuchsbedingungen bedeutet und wurde daher nicht durchgeführt. Das für die Temperaturmessung und -regelung verwendete Thermoelement wurde im Vorfeld der Versuche mit einer Genauigkeit von $\pm 2^\circ\text{C}$ kalibriert, sodass die Gesamtunsicherheit in der Temperaturmessung mit der Streuung der ausgelesenen Temperatur $\pm 7^\circ\text{C}$ beträgt.

In dem folgenden Versuchsteil wurde unter ansonsten gleichbleibenden Bedingungen die Solltemperatur der Salzschnmelze (bei normalem Tiegelfüllstand) ausgehend von 450°C um $\pm 15^\circ\text{C}$ variiert und die Versuchsreihen (Werkstoff S355 J2 6mm Form D, Versuchsführung TL) mit jeweils vier Einzelversuchen belegt. Die Ergebnisse sind im **Bild 6-67** dargestellt, wobei hier für eine anschauliche Darstellung als x-Achse die Zeitachse in Minuten gewählt wurde. Dabei zeigt sich, dass bei tieferen Temperaturen (435°C) die Verformungsfähigkeit des Werkstoffs abnimmt und die Probe höhere Nennspannungen erreicht. Bei höheren Temperaturen wird das Material weicher, Fließvorgänge werden begünstigt und die Kurve ist (bei gleicher Tauchdauer) insgesamt hin zu geringeren Nennspannungen verschoben.

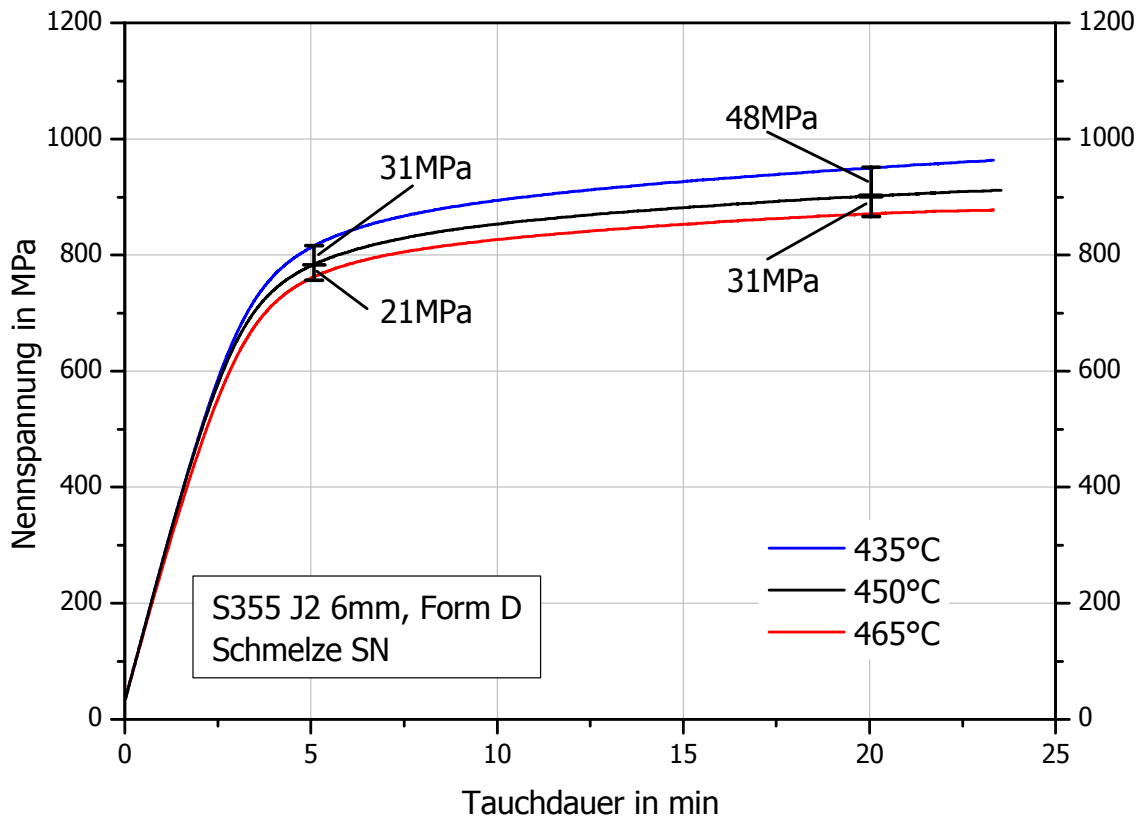


Bild 6-67: Einfluss der Schmelzentemperatur auf den Versuchsverlauf in der Salzschnmelze SN im Zugversuch TL mit dem Werkstoff S355 J2 6mm Form D

Da die Fließvorgänge zeitlich abhängig sind, müsste zu jeder Tauchdauer eine separate Fehlerbetrachtung durchgeführt werden. Allerdings kann im dargestellten Diagramm zwischen 5min und 20min Tauchdauer eine Fehlerberechnung mit guter Genauigkeit folgendermaßen abgeschätzt werden: Bei jeweils zwei Temperaturen werden die Nennspannungen bei 5min und 20min Tauchdauer abgelesen und deren Differenzen gemittelt (**Tabelle 6-4**).

Tabelle 6-4: Abschätzung des Einflusses der Verzinkungstemperatur

Tauchdauer	Nennspannung in MPa				
	Schmelzentemperatur in °C			Differenz in MPa	
	435	450	465	435°C - 450°C	450°C - 465°C
5min	812	781	760	31	21
20min	950	902	871	48	31
mittlere Differenz	---	---	---	40	26

Bezogen auf den Zeitstandversuch müsste nach den dargestellten Abschätzungen ausgehend von 450°C bei einer Temperaturniedrigung um 15°C die angelegte Nennspannung um rund 40MPa reduziert werden um annähernd vergleichbare Versuchsbedingungen zu erhalten. Andererseits wäre bei einer Erhöhung der Schmelzentemperatur um 15°C auf 465°C die angelegte Nennspannung um rund 26MPa zu erhöhen. Die eingangs erwähnte

Temperaturschwankung von maximal $\pm 7^\circ\text{C}$ kann sich nach den vorliegenden Ergebnissen bereits signifikant auf die Versuchsverläufe auswirken, wobei eine konkrete Quantifizierung der durch den Temperatureinfluss entstandenen Abweichungen für den Einzelfall jedoch nicht möglich ist. Es handelt es sich um eine maximale theoretische Abweichung, die aufgrund der Randbedingungen im Gesamtsystem nur im äußersten Extremfall erreicht wird.

6.4.3 Einfluss der Versuchsführung und statistische Auswertung der Versuche

Einen grundsätzlichen Einfluss auf das Gesamtergebn stellt die Art der Versuchsführung dar. Praktisch alle Versuchsreihen sind mit mehreren Proben belegt, allerdings ist eine statistisch fundierte Auswertung bei einer Probenanzahl von maximal 6 Einzelversuchen nur bedingt durchführbar. Wie oben gezeigt wurde, variieren die Einzelwerte zum Teil sehr stark, was sich bei der geringen Anzahl an Einzelproben vor allem beim Zeitstandversuch in einer hohen Standardabweichung bemerkbar macht. In der **Tabelle 6-5** sind beispielhaft die Versuche mit dem Werkstoff S355 J2 6mm, Form B in der Schmelze S0 mathematisch ausgewertet worden. Die Standardabweichung gibt den mittleren Fehler des arithmetischen Mittelwerts im Vertrauensbereich 0,68 an und wird auch als Standardabweichung des Mittelwerts bezeichnet /DEM1994/. Die Berechnungen des Mittelwerts \bar{x} und der Standardabweichung σ_m erfolgen nach den **Gleichungen 6-1a** und **6-1b** /DEM1994/. Die Werte in der mit * gekennzeichneten Spalte der Tabelle 6-5 (max. Nennspannung, Versuchsführung TS) werden im Abschnitt 6.4.4 benötigt. Die Wiederholpräzision zeigt sich beim mit jeweils 5 Einzelproben belegten Zugversuch zunächst deutlich günstiger als beim Zeitstandversuch (5 Einzelproben), der unter dem Aspekt der statistischen Versuchsauswertung weniger geeignet erscheint.

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

mit n=Anzahl der Versuche, x_i =Messwert

Gleichung 6-1a

$$\sigma_m = \sqrt{\frac{\sum (\bar{x} - x_i)^2}{n(n-1)}}$$

Gleichung 6-1b

Tabelle 6-5: Statistische Auswertung der Zug- und Zeitstandversuche, beispielhaft dargestellt am Werkstoff S355 J2 6mm, Form B und der Schmelze S0

	Zugversuch (jeweils n=5)			Zeitstandversuch, Zeit bis Versagen in sec	
	TL	TS		560MPa	600MPa
	Aufweitung in mm	Aufweitung in mm	max. Nenn- spannung in MPa *	(n=5)	(n=5)
minimaler Wert	26,6	39,3	716	831	275
maximaler Wert	30,2	43,7	730	1343	418
arithm. Mittelwert	28,0	41,7	725	1160	353
Standard- abweichung	0,7 ($\approx 3\%$)	0,9 ($\approx 2\%$)	3 ($< 1\%$)	86 ($\approx 7\%$)	31 ($\approx 9\%$)

6.4.4 Einfluss der Kerbgeometrie auf die Dehnungen

Die im Vorfeld der Prozessreihenfolge (siehe Abschnitt 5.3) mit einem Messschieber vermessenen Kerben der Proben sind in Bezug auf ihre geometrischen Abmessungen nicht homogen. Wie im Abschnitt 5.3 gezeigt wurde, muss bei der Messung der Ligamenttiefe (=Höhe der Kerbe), unabhängig davon ob Probenform B oder D verwendet wird, von einer mittleren Streuung von $\Delta\text{Höhe} = \pm 0,06\text{mm}$ ausgegangen werden. Bei der Messung der Breite (Blechdicke) der Probe wurde probenformunabhängig eine mittlere Streuung von $\Delta\text{Breite} = \pm 0,02\text{mm}$ ermittelt. Dadurch ergeben sich in Bezug auf den wahren Probenquerschnitt in der Kerbe ein Minimal- und ein Maximalwert, die die Grundlage für die folgenden Überlegungen bilden.

Unter der Annahme eines unteren und oberen Probenquerschnitts ergibt sich bei der auf rund sechs Einzelversuchen basierenden Mittelwertkurve (Zugversuch TS, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B) eine Streuung des Kurvenverlaufs, wie durch die roten Kurven (Schmelze SN) im **Bild 6-68** verdeutlicht wird. Die blauen Kurven stellen die Streuung in der Schmelze S0 dar. Unter Annahme eines unteren Probenquerschnitts werden im Spannungsmaximum 737MPa erreicht, bei einem oberen Querschnitt 727MPa. Die im Versuch erreichten Aufweitungen werden durch die angenommenen Überlegungen nicht beeinflusst, zu beachten sind jedoch die Auswirkungen bei der Bestimmung der um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen. Für die ermittelten Minimal- und Maximalwerte der Aufweitung ergibt sich aus der Unsicherheit der Geometriemessung eine Differenz von 3,8mm.

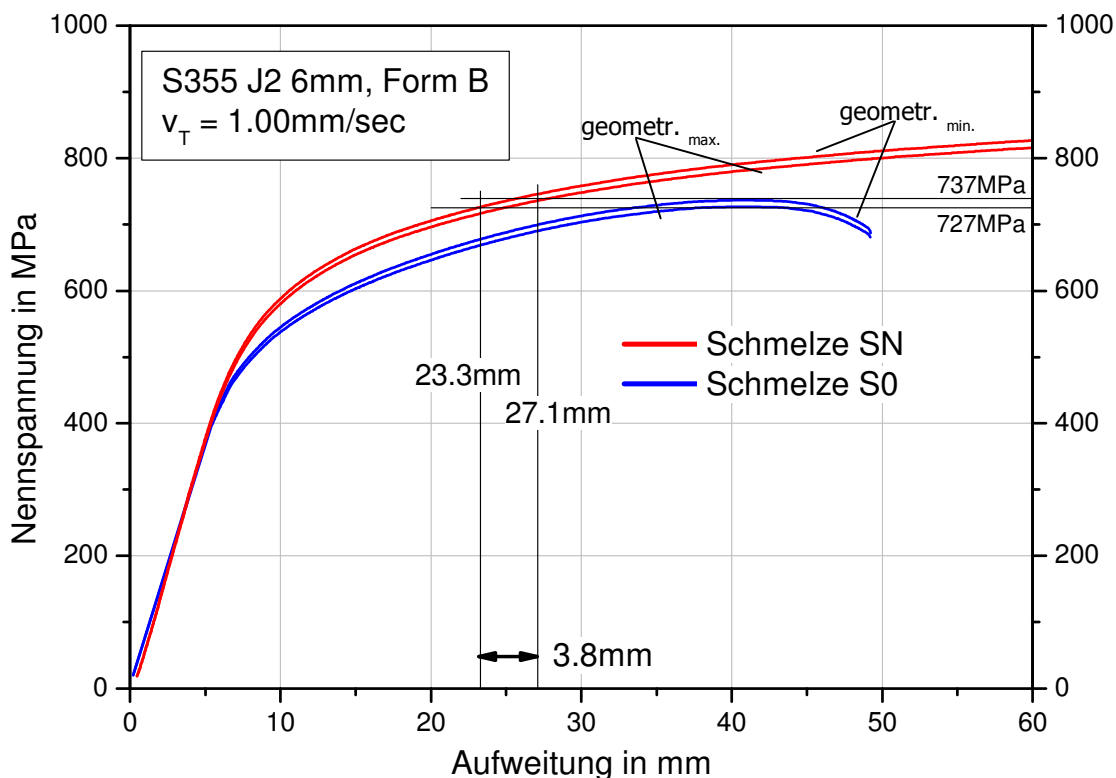


Bild 6-68: Streuung der um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen im Zugversuch aufgrund von Messunsicherheiten in der Geometriemessung

Unter zusätzlicher Berücksichtigung der aus den Verzinkungsversuchen errechneten Standardabweichung der erreichten Nennspannungen von $\pm 3\text{MPa}$ aus Tabelle 6-5 (Zugversuch TS) ergeben sich nach **Tabelle 6-6** für die um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen

ein Maximalwert von 28,0mm (20,3% plast. Dehnung) und ein Minimalwert von 22,9mm (15,5% plast. Dehnung). Auf eine statistische Auswertung der Versuche in der Salzschnelze wurde verzichtet, da die Wiederholpräzision hier sehr gut war und eine Berechnung der Standardabweichung praktisch keinen Einfluss auf die Gesamtdehnung hätte.

Tabelle 6-6: Einfluss der Messunsicherheiten auf die um die Mikrorissbildung korrigierten Dehnungen (Zugversuch TS)

	Maximalwert	Minimalwert	Mittelwert (aus Abschnitt 6.3)
kor. Aufweitung in mm (aus Bild 6-68)	27,1	23,3	25,2
kor. Aufweitung in mm, (incl. Standardabweichung von $\Delta TS = \pm 3 \text{ MPa}$ aus Tabelle 6-5, grafisch nicht dargestellt)	28,0	22,9	----
kor. Dehnung in % (mittels FEM aus Abschnitt 5.6)	20,3	15,5	17,5

Bei einem Zeitstandversuch mit einer Probe des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B und den ermittelten Abmessungen Höhe $h = 11,58 \text{ mm}$ und Breite $b = 5,85 \text{ mm}$, ergibt sich unter Annahme eines unteren und oberen Probenquerschnitts bezüglich der tatsächlich angelegten Nennspannung ein Streuband von 556MPa bis 564MPa. Wird bei einer angelegten Nennspannung von 560MPa einer in Reinzink geprüften Probe von einer mittleren Versuchsdauer von 1145sec ausgegangen, ergeben sich unter Annahme der oberen und unteren Grenze im Streuband Versuchsdauern zwischen 1016sec und 1290sec (**Bild 6-69**).

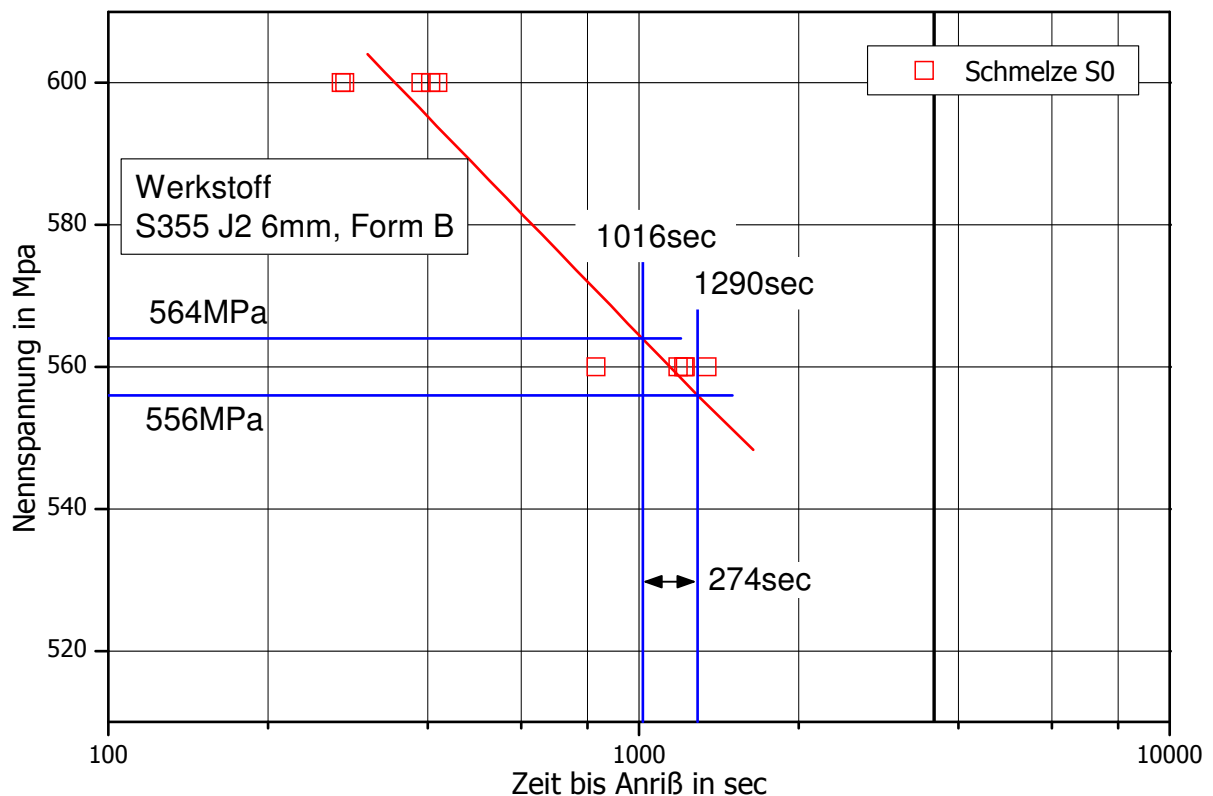


Bild 6-69: Streuung der angelegten Nennspannung im Zeitstandversuch aufgrund von Messunsicherheiten in der Geometriemessung

Im Vergleich zum Zugversuch ist die Anfälligkeit gegenüber Streuungen hier im Wesentlichen auf die Auswertung und die Versuchsdurchführung zurückzuführen. Die Versuchsdauern hängen wesentlich von der Wahl des Spannungsniveaus ab. Nach Abschnitt 6.3 beträgt bei 800sec Tauchdauer die maximal anlegbare Nennspannung 572MPa. Zu der vereinfachten Annahme der Streuung um $\pm 4\text{MPa}$ (Bild 6-69) als Messunsicherheit aus der Geometriemessung ist zusätzlich die aus der statistischen Berechnung (Tabelle 6-5) resultierende Abweichung der bei 800sec Tauchdauer maximal ertragbaren Nennspannung von $\pm 3\text{MPa}$ zu berücksichtigen (**Bild 6-70**), sodass sich eine Gesamtunsicherheit von $\pm 7\text{MPa}$ ergibt.

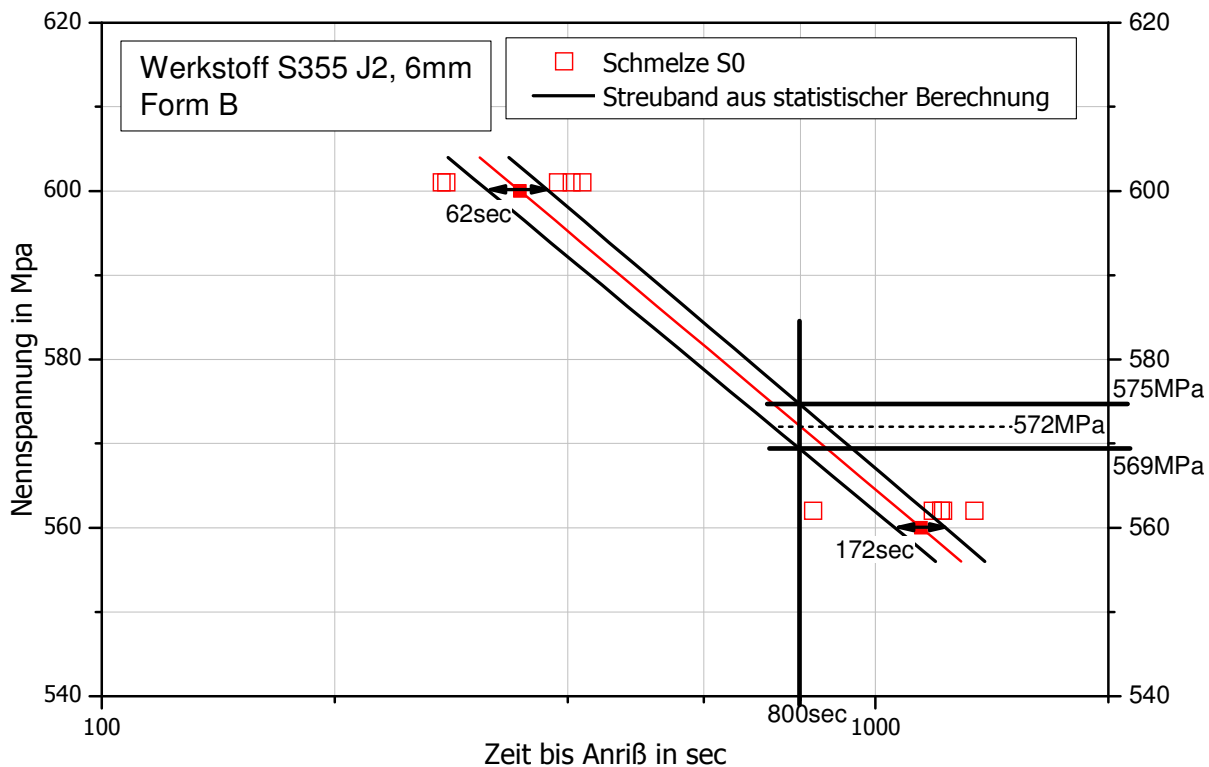


Bild 6-70: Aus der Standardabweichung aus Tabelle 6-5 resultierende Abweichungen der maximal ertragbaren Nennspannung bei einer Tauchdauer von 800sec

Die um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen basieren auf den in der Salzsäure bei 800sec Tauchdauer ermittelten Aufweitungen. Im Rahmen einer Messunsicherheitsstudie ist dabei die aufgrund der Geometriemessung verursachte Unsicherheit der angelegten Nennspannung von $\pm 4\text{MPa}$ zu berücksichtigen (blau gekennzeichnetes Streuband im **Bild 6-71**). Auch hier wurde auf eine statistische Auswertung der in der Salzsäure SN durchgeführten Zeitstandversuche verzichtet, da eine sehr gute Wiederholpräzision gegeben war.

Ausgehend von 572MPa werden aus Bild 6-71 durch Einsetzen der Gesamtunsicherheit von $\pm 7\text{MPa}$ die minimalen und maximalen um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen zu 17,6mm (10,6% plast. Dehnung) bzw. 14,8mm (8,1% plast. Dehnung) bestimmt (**Tabelle 6-7**).

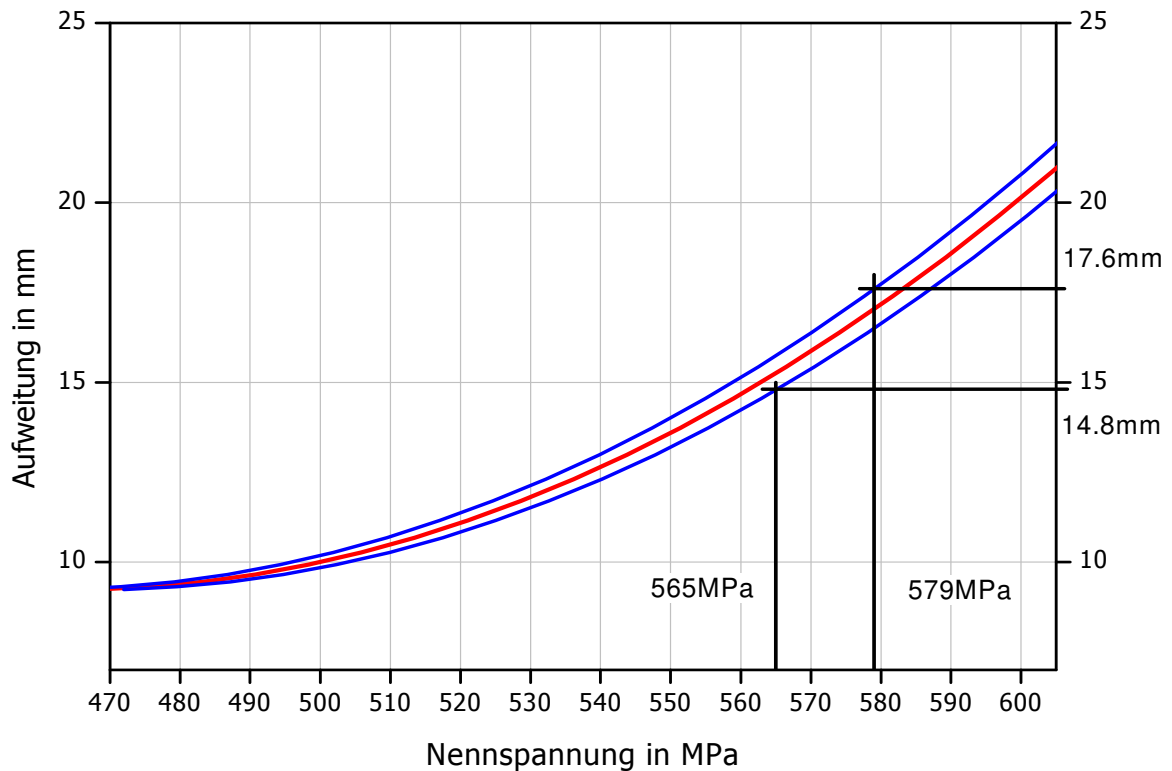


Bild 6-71: Streuung der um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen im Zeitstandversuch

Tabelle 6-7: Einfluss der Messunsicherheiten auf die um die Mikrorissbildung korrigierten Dehnungen aus dem Zeitstandversuch

	Maximalwert	Minimalwert	Mittelwert (aus Abschnitt 6.3)
Nennspannung bei 800sec in MPa (unter Berücksichtigung von $\pm 4\text{MPa}$ aus Messunsicherheiten der Geometriemessung)	576	568	572
Nennspannung bei 800sec in MPa (unter zusätzlicher Berücksichtigung von $\pm 3\text{MPa}$ aus der statistischen Auswertung der Versuche)	579	565	572
korr. Aufweitung in mm (Gesamtunsicherheit nach Bild 6-71)	17,6	14,8	----
korr. Dehnung in % (mittels FEM aus Abschnitt 5.6)	10,6	8,1	9,3

Zusammenfassend sind die beispielhaft berechneten Messunsicherheiten aus dem Zugversuch TS und dem Zeitstandversuch des in der Schmelze S0 geprüften Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B in der **Tabelle 6-8** vergleichend dargestellt.

Tabelle 6-8: Übersicht der im Zugversuch TS und dem Zeitstandversuch in der Schmelze S0 berechneten Messunsicherheiten (Werkstoff S355 J2 6mm, Form B)

	Zugversuch TS	Zeitstandversuch
Aufweitung in mm	$25,4 \pm 2,6$ ($\approx 10\%$)	$16,2 \pm 1,4$ ($\approx 9\%$)
Dehnung in %	$17,9 \pm 2,4$	$9,4 \pm 1,2$

Die beispielhaft durchgeführten Berechnungen machen deutlich, dass der Zeitstandversuch unter den beschriebenen Voraussetzungen in Bezug auf die absoluten Abweichungen etwas geringere Streuungen aufweist als der Zugversuch TS und im direkten Vergleich unter dem Aspekt der Messunsicherheit zu bevorzugen ist. Nicht berücksichtigt wurden Ableseungenauigkeiten aus Diagrammen, Kurven sowie die Auswirkungen aus Unsicherheiten der Temperaturmessung. Zum einen sind solche Aspekte schwer zu quantifizieren und zum anderen dürfte deren Einfluss in Relation zu den hier berechneten Streuungen eher gering ausfallen.

6.4.5 Sonstige Einflüsse

Bedingt durch den stetigen Eisenabtrag der Proben in das flüssige Zink entwickelt sich schwer schmelzbares Hartzink mit einer bei 450°C grobkristallinen Struktur, das sich im Kesselsumpf absetzt. Bei Zunahme des Hartzinks nimmt der Wärmeübergangskoeffizient der Schmelze ab und die Ofentemperatur muss entsprechend angepasst werden. Ein wichtiges Kriterium ist dabei die Temperatur, die in Tauchtiefe der Probe rund 450°C betragen soll. Ergibt sich eine Abweichung, wird die Regelungstemperatur (hier: über die Heizstäbe erzeugte Ofeninnentemperatur) entsprechend angepasst. Wird es erforderlich, die Regelungstemperatur um mehr als 20°C nach oben zu korrigieren, um die Temperatur in Tauchtiefe auf 450°C halten zu können, so ist die Zinkschmelze verbraucht und muss ersetzt werden. Bezüglich der LMAC Rissbildung hat der Eisengehalt in der Schmelze keine Bedeutung. Anderweitige Beobachtungen konnten bei den in der Arbeit durchgeführten Versuchen nicht festgestellt werden.

Der neue Tiegel wird bis zu einer bestimmten Höhe mit Reinzink befüllt, der tatsächliche Kesselinhalt abgeschätzt und im flüssigen Zustand die entsprechende Menge an Legierungselementen zugemischt. Nach gründlicher Durchmischung wird anschließend eine chemische Analyse einer vorher entnommenen Probe vorgenommen. Unsicherheiten bestehen zum einen in der Menge des tatsächlich vorhandenen Reinzinks im Tiegel (und damit zusammenhängend der Anteil der zugegebenen Legierungselemente), zum anderen ist es von Bedeutung nach welcher Zeit in welcher Tiegeltiefe die Probe entnommen wird, da sich insbesondere bei den hochlegierten Schmelzen bereits nach wenigen Stunden eine Entmischung der Schmelze einstellt.

Darüberhinaus ergeben sich Unsicherheiten aus den chemischen Analysen mittels ICP-OES (siehe Abschnitt 4-2). Das Ergebnis einer chemischen Analyse ist jeweils der arithmetische Mittelwert aus insgesamt 6 Einzelanalysen mit dem Betrag der 2-fachen Standardabweichung des Einzelwertes. Beispielhaft ist in der **Tabelle 6-9** anhand der Schmelzenserie 5 eine Messunsicherheitsbetrachtung dargestellt, die jedoch ohne Bedeutung ist, da die chemischen Analysen zur Berechnung der Aufweitungen und Dehnungen nicht verwendet werden und in der Praxis meist nur grobe Angaben zu den chemischen Zusammensetzungen gemacht werden.

Tabelle 6-9: Streuung der durch die chemische Analyse (ICP-OES) ermittelten Gehalte von Legierungselementen aus jeweils 6 Einzelmessungen

	5a	5b	5c	5d
	Gehalt in %	Gehalt in %	Gehalt in %	Gehalt in %
Pb	0,58 ± 0,03	0,57 ± 0,05	0,61 ± 0,01	0,54 ± 0,02
Sn	0,05 ± 0,00	0,10 ± 0,01	0,27 ± 0,02	0,42 ± 0,01
Bi	0,01 ± 0,00	0,11 ± 0,01	0,10 ± 0,01	0,11 ± 0,01
Σ Gehalte	0,64 ± 0,03	0,78 ± 0,07	0,98 ± 0,04	1,07 ± 0,04

Um die wuchtigeren 10mm Proben (Werkstoffe S355 J2 10mm, P460 und S690 Q) bis 2,5kN prüfen zu können, war es erforderlich, das Motorgetriebe an der Antriebsspindel auszutauschen und die Drehzahl und sonstige die Motorsteuerung betreffende Parameter entsprechend anzupassen. In der Folge wurde festgestellt, dass die Anlaufcharakteristik auf die vorgegebene Nennspannung beim Zeitstandversuch nicht exakt die gleiche war wie vor dem Umbau, was vor allem auf Ungenauigkeiten bei der Anpassung der Motorsteuerung zurückzuführen ist.

Aus den aus den Zugversuchen gewonnenen Ergebnissen (Abschnitt 6.2.1) ist bekannt, dass sich die Höhe der Prüfgeschwindigkeit ganz wesentlich auf die Lebensdauer der Probe auswirkt. Auf den Zeitstandversuch bezogen bedeutet das, dass die Lebensdauer der Probe auch von der Geschwindigkeit abhängt, mit der die im plastischen Bereich des Materials liegende vorgegebene Last angefahren wird. Ein Einfluss der Art und Weise, wie die vorgegebene Nennspannung angefahren wird, ist sehr wahrscheinlich, kann jedoch nicht näher quantifiziert werden, da hierzu keine Untersuchungen durchgeführt wurden.

Beispiele für Ableseungenauigkeiten finden sich im Abschnitt 6.3. Hier sind z.B. bei den eingeklammerten Werten in den Tabellen 6-2 und 6-3 die um die zusätzliche Aufweitung korrigierte Dehnung größer als die real gemessene. Technisch-physikalisch ist eine solche „negative Korrektur“ nicht möglich. Die Werte zu der Berechnung sind gemäß der Verfahrensweise im Abschnitt 6 aus den betreffenden Diagrammen grafisch entnommen worden und Ableseungenauigkeiten daher prinzipiell möglich. Da die (negativen) Differenzen zwischen den korrigierten und nicht korrigierten Aufweitungen äußerst gering sind, kann der Aspekt in den beschriebenen Fällen vernachlässigt werden.

Die in dem Abschnitt diskutierten Betrachtungen in Bezug auf Messungenauigkeiten und mögliche Fehlerquellen bei der Durchführung der Versuche zeigen, dass es die einzig allein entscheidende Fehlerquelle nicht gibt. Entscheidend ist die quantitative Summe aller die Messgröße betreffenden Unsicherheitsfaktoren, die in der Gesamtbetrachtung zu berücksichtigen sind. Dabei sollen die eigenen gemessenen Daten kritisch hinterfragt und aufgezeigt werden, wo die Fehlerquellen liegen könnten und welche Einflüsse auf die Ergebnisse im Extremfall zu erwarten sind. Speziell bei den Versuchen ist zu den relevanten Fehlerquellen die Geometriemessung zu nennen und die Art und Weise der Versuchsführung. Wie gezeigt wurde, ergeben sich durch die genannten Faktoren Unsicherheiten in der Aufweitung von rund 10% im Zugversuch und rund 9% im Zeitstandversuch, die repräsentativ für alle Versuche zu sehen sind.

6.5 Einfluss einer partiellen Kaltumformung auf das LMAC - Risikopotenzial

Die in der vorliegenden Arbeit verwendeten Proben können mit definierten Zugeigenspannungen versehen werden, indem die Probenschenkel maschinell auf Kontakt gedrückt, rund 10sec gehalten und anschließend entlastet werden. Dadurch bleibt im Kerbgrund eine Zugeigenspannung zurück. Beispielhaft ist eine vorverformte Probe im **Bild 6-72** dargestellt. Für diese Vorgehensweise wurden Proben der Werkstoffe S355 J2 6mm, Form B und D verwendet. Um den kaltverformten Zustand zu charakterisieren, wurden Härtemessungen und röntgenografische Eigenspannungsmessungen durchgeführt (Abschnitt 6.5.1). Bei Betrachtungen von im Bauteil vorliegenden Eigenspannungen ist die Verweildauer in der Zinkschmelze zu beachten, da durch einen Temperatureinfluss der Abbau von Eigenspannungen begünstigt wird. Versuche zu diesem Aspekt werden im Abschnitt 6.5.2 diskutiert. Die mit den vorverformten Proben erzielten Ergebnisse sind unter Berücksichtigung der Härte- und Eigenspannungsuntersuchungen im Abschnitt 6.5.3 dargestellt.

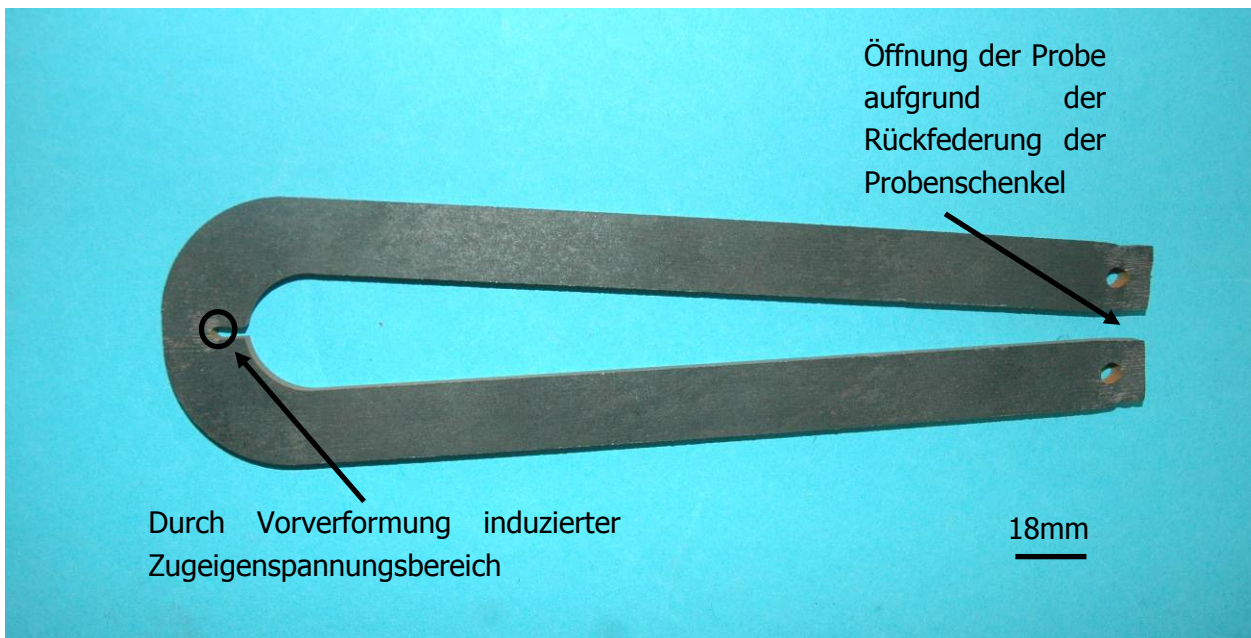


Bild 6-72: Beispielhafte Darstellung einer vorverformten Probe des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B

Den infolge einer partiellen Kaltumformung im Bauteil vorhandenen Eigenspannungen werden eine wesentliche Rolle bei der LMAC Rissbildung zugeschrieben. In der Literatur finden sich z.B. in der Datenbasis von /FEL2009, FES2004/ Hinweise, dass bei kaltverformten und damit eigenspannungsbehafteten Bauteilen mit einer erhöhten Anzahl von LMAC Schädigungen zu rechnen ist. Daher berücksichtigt das im Rahmen der DAST Richtlinie 022 /DASTri022/ vorgestellte Bemessungskonzept neben geometrischen und werkstofftechnischen Aspekten, unter anderem den Kaltverformungsgrad von derartig verformten Bauteilen (siehe Abschnitt 6.6).

Nach **Bild 6-73** wird in den nachfolgenden Betrachtungen der Schwerpunkt auf den Einfluss des Werkstoffzustands auf eine LMAC Schädigung gelegt.

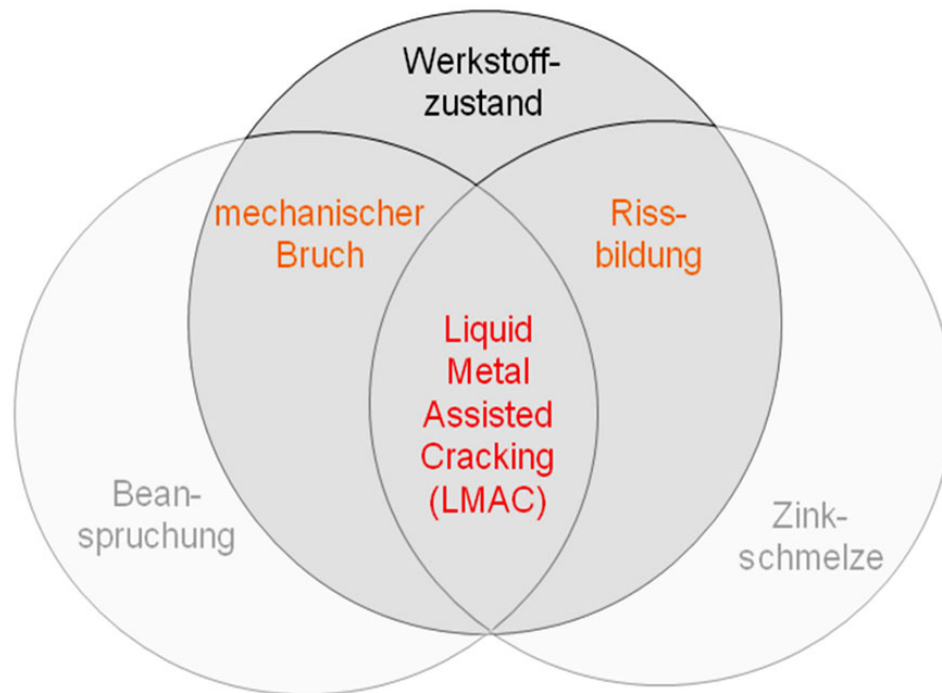


Bild 6-73: Einflussgrößen bei einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung unter besonderer Berücksichtigung des Werkstoffzustands

6.5.1 Charakterisierung der vorverformten Proben

Durch das Zusammendrücken der Probenschenkel mit anschließender Entlastung ändert sich wie vorher beschrieben der ansonsten homogene Werkstoffzustand, der mittels einer Härtemessung beispielhaft an zwei Proben und insgesamt drei Einzelmessungen des Werkstoffs S355 J2 6mm Form D vor und nach der Verformung charakterisiert wurde. Die Härtemessung erfolgte nach Vickers HV0,5 gemäß **Bild 6-74** an den Oberflächen der Proben. Ein grafischer Verlauf im Vergleich zur Messung an einem nicht vorverformten Probenstück mit insgesamt zwei Einzelmessungen ist im **Bild 6-75** zu sehen.

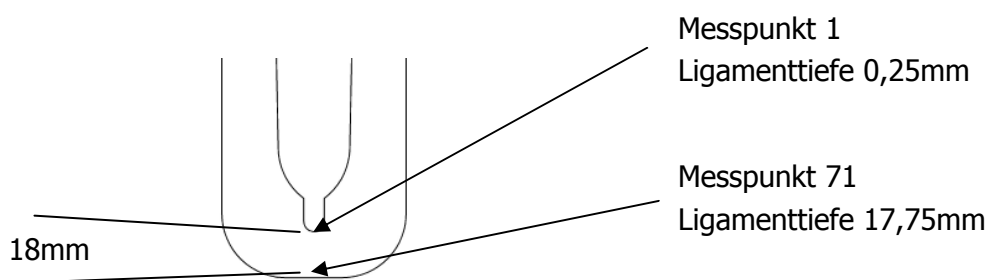


Bild 6-74: Messpunkte der mittels HV0,5 durchgeführten Härtemessungen an einer Probe des Werkstoffs S355 J2 6mm Form D, vor und nach der Verformung

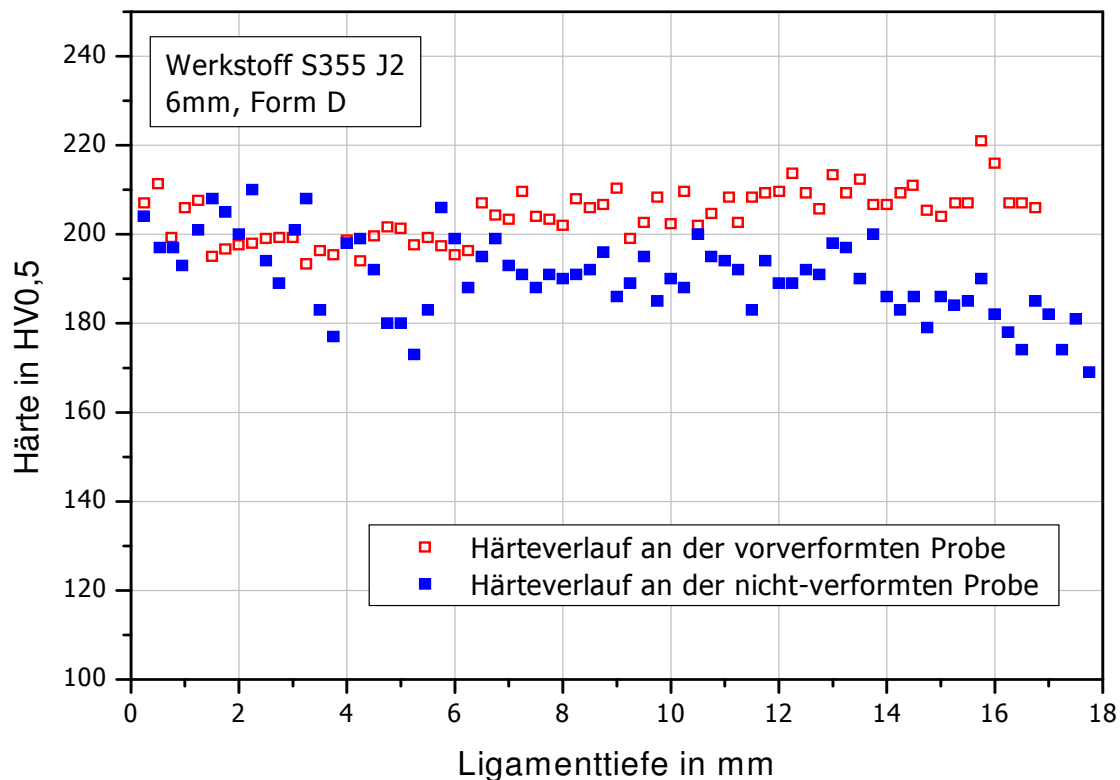


Bild 6-75: Härteverlauf nach Vickers HV0,5 in der Kerbe eines vorverformten im Vergleich zu einem nicht vorverformten Probenstück des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form D

Im Vergleich zum unverformten Probenstück ergeben sich bei der verformten Probe keine signifikanten Unterschiede in der Härte. Lediglich bei höheren Randabständen (Ligamenttiefen) weichen die Werte von verformter zur unverformten Probe leicht ab. Einen Einfluss der Kaltverfestigung auf die Härte des Werkstoffs ist zwar festzustellen, die Unterschiede sind im Vergleich zum unverformten Probenstück jedoch relativ gering ausgeprägt.

Eine weitere Charakterisierung der vorverformten Proben stellen Eigenspannungsmessungen dar. Nachfolgend wurden die Eigenspannungen einer einzelnen, nicht verzinkten kaltverformten Probe des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form D experimentell mit Cr-K α -Strahlung am {211}-Reflex des Eisens (Gitterkonstante 0,28730 nm) nach dem $\sin^2\psi$ - Verfahren bestimmt (siehe Abschnitt 4.5). Als röntgenelastische Konstante zur Berechnung der Eigenspannungswerte wurde $\frac{1}{2} s_2 = 5,76 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{N}$ verwendet. Die Eigenspannungen wurden gemäß **Bild 6-76** längs der Walzrichtung mit einer 1mm Blende in äquidistanten Abständen exemplarisch an einer der beiden Oberflächen der Probe gemessen. Den grafischen Verlauf zeigt **Bild 6-77**.

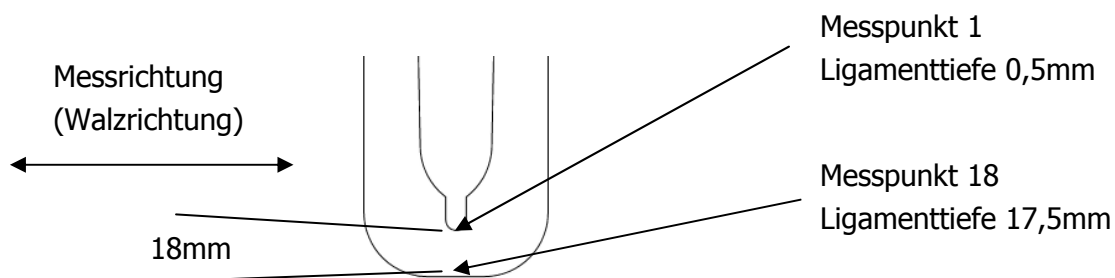


Bild 6-76: Messpunkte der röntgenografischen Eigenspannungsmessungen an der Oberfläche im Kerbbereich des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form D

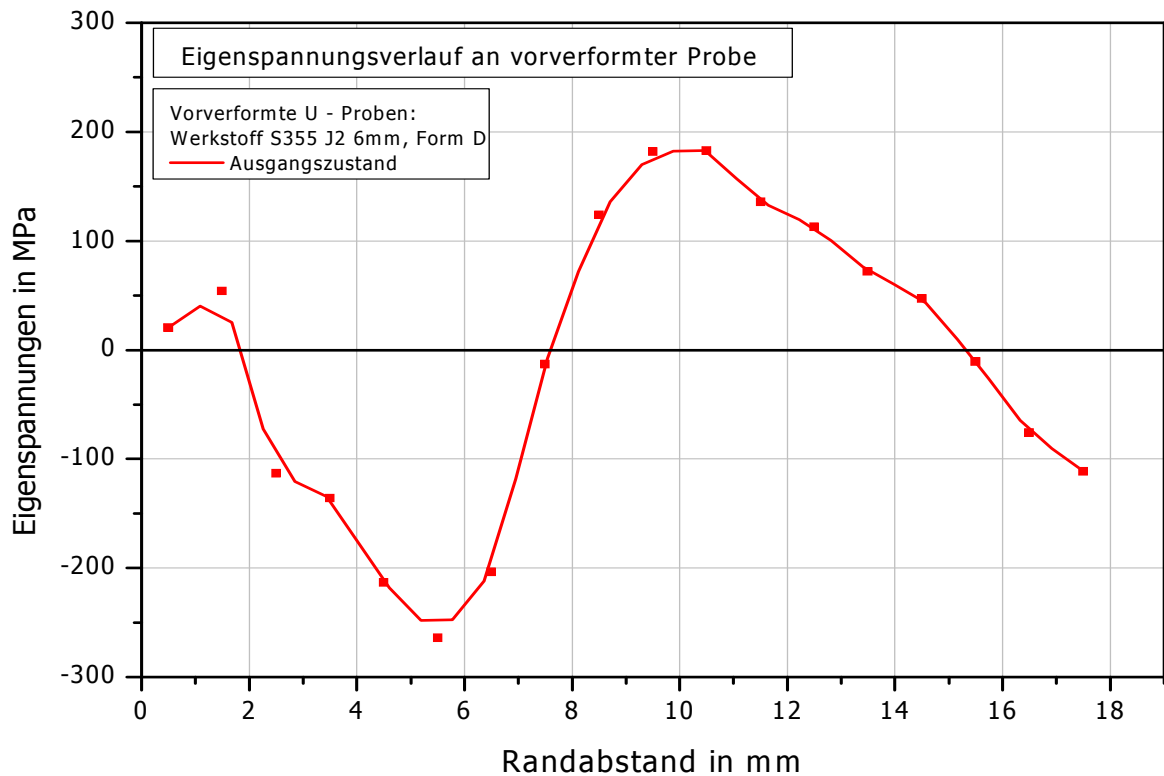


Bild 6-77: Verlauf der röntgenografisch bestimmten Eigenspannungen an einer vorverformten Probe, Werkstoff S355 J2 6mm, Form D

Beim Zusammenbiegen der Schenkel werden die Randbereiche in der Kerbe stark verformt, sodass eine Plastifizierung eintritt. Nach Rücknahme der Kraft steht dort der plastisch verformte Bereich durch die Rückfederung unter Zugeigenspannungen (Bild 6-72). Der der Kerbe gegenüber liegende Randbereich wird zunächst zugbeansprucht, plastifiziert und nach Rücknahme der Beanspruchung druckbeansprucht. Ausgehend von der Kerbe werden daher bis zu einem Randabstand (Ligamenttiefe) von etwa 2mm Zugeigenspannungen gemessen, danach dominieren die Druckeigenspannungen bis zum Erreichen der neutralen Faser und dem Wechsel in den Zugspannungsbereich bei etwa 7,5mm Randabstand. Die Proben sind in ihrem nicht verformten Zustand mit rund +20MPa bis -30MPa (gemessen an drei Proben nach dem oben beschriebenen Verfahren) eigenspannungsfrei.

6.5.2 Abbau von Eigenspannungen aufgrund von einem Temperatureinfluss

Kaltverformte Proben des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form D wurden jeweils für 2min, 10min und 30min lastfrei der Salzschnmelze SN ausgesetzt. Anschließend wurden die Eigenspannungen nach dem in Abschnitt 4.5 und Bild 6-76 beschriebenen Verfahren röntgenografisch an der Oberfläche ermittelt. **Bild 6-78** zeigt anhand von Einzelkurven die gemessenen Werte im Vergleich zum Ausgangszustand aus dem vorherigen Abschnitt.

Der dort ermittelte Verlauf der Eigenspannungen wird in diesem Versuchsteil grundsätzlich bestätigt. Bei den lastfrei in der Salzschnmelze getauchten Proben entsteht ausgehend vom Kerbgrund in rund 2mm Ligamenttiefe (Randabstand) ein lokales Maximum der Eigenspannungen, welches lediglich bei der 10min getauchten Probe im Druckspannungsbereich liegt. Weshalb die 30min getauchte Probe hier wieder Zugspannungen aufweist, kann

abschließend nicht geklärt werden. Unterschiedlich wirkende Randeﬀekte in den ersten drei Messpunkten könnten hierzu ursächlich sein. Der betreffende Bereich wird durch das Aufbringen der Vorverformung aufgewölbt und dadurch die exakte Bestimmung der örtlichen Eigenspannungen erschwert. Darüberhinaus könnten lokale Streuungen im Werkstoffzustand bzw. in der Kaltverfestigung einen Beitrag leisten. Insgesamt lässt sich feststellen, dass die neutrale (spannungsfreie) Faser mit zunehmender Tauchdauer in der Salzschnelze hin zu größeren Randabständen verschoben wird und die Eigenspannungsmaxima mit fortschreitender Verweildauer in der Schnelze aufgrund der Temperatureinwirkung abgebaut werden. Allerdings sind die Reduktionen der Zug- bzw. Druckeigenspannungen gegenüber dem Ausgangszustand selbst nach 30min Tauchdauer mit rd. 75MPa bei einem Randabstand 5,5mm bzw. rd. 100MPa bei einem Randabstand 9,5mm verhältnismäßig gering (**Tabelle 6-10**).

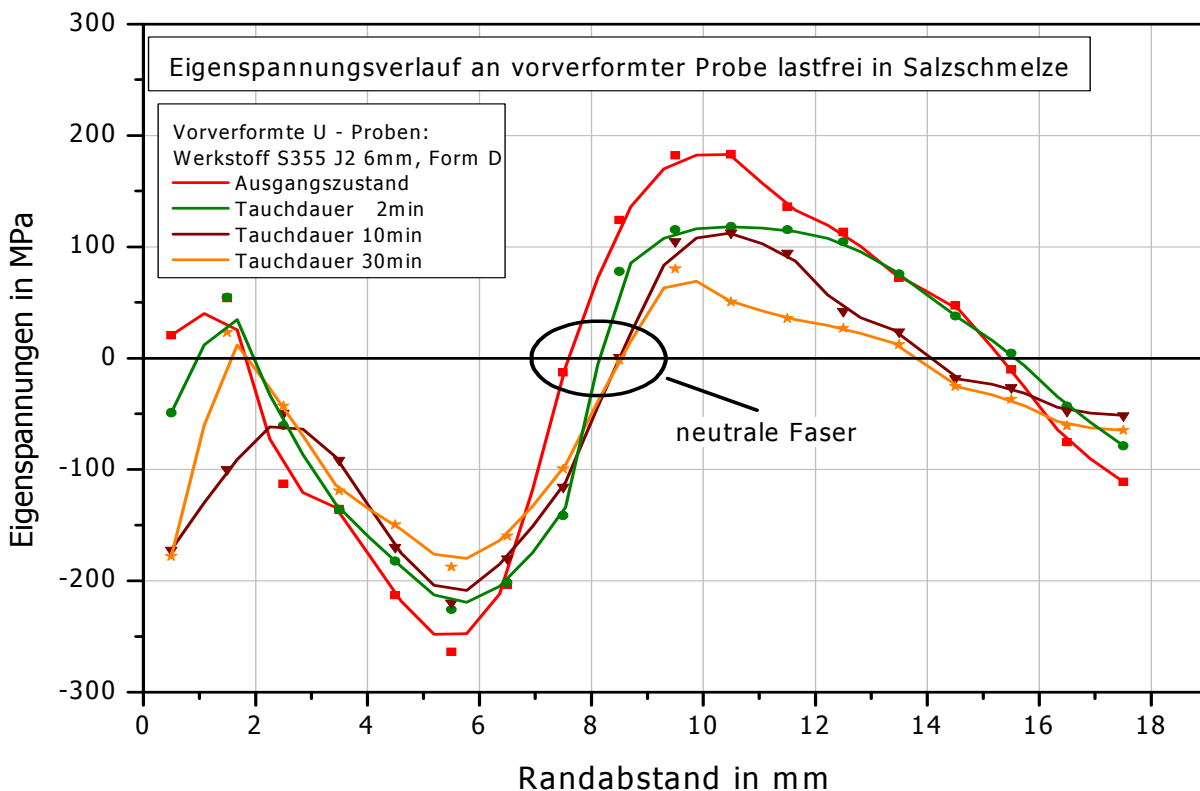


Bild 6-78: Verlauf der Eigenspannungen an in der Schnelze SN getauchten, vorverformten Proben, Werkstoff S355 J2 6mm, Form D im Vergleich zum Ausgangszustand

Tabelle 6-10: Reduktion der lokalen Eigenspannungsmaxima aus Bild 6-78

	Randabstand \approx 5,5mm	Randabstand \approx 9,5mm
Ausgangszustand	(-264 ± 22) MPa	$(+182 \pm 31)$ MPa
2min Tauchdauer	(-226 ± 11) MPa	$(+115 \pm 9)$ MPa
10min Tauchdauer	(-220 ± 21) MPa	$(+105 \pm 10)$ MPa
30min Tauchdauer	(-188 ± 23) MPa	$(+80 \pm 7)$ MPa

6.5.3 Ergebnisse an den kaltverformten Proben

Die mit den kaltverformten Proben durchgeführten Versuche sind in der Versuchsführung identisch zu denen der nicht vorverformten Proben. Die Auswertung erfolgt analog zu der Beschreibung im Abschnitt 3.1. Die Ergebnisse der im Zugversuch geprüften und kaltverformten Proben sind im Vergleich zu den nicht verformten mit einer deutlich höheren Streuung behaftet, bei einem insgesamt signifikant niedrigeren Nennspannungsniveau und wesentlich geringeren ertragbaren Aufweitungen. Auf der Basis von Einzelkurven sind im **Bild 6-79** beispielhaft die Ergebnisse am Werkstoff S355 J2 6mm, Form B für Reinzink im Zugversuch bei der Aufweitungsgeschwindigkeit $v_T = 0,05\text{mm/sec}$ (TL) dargestellt.

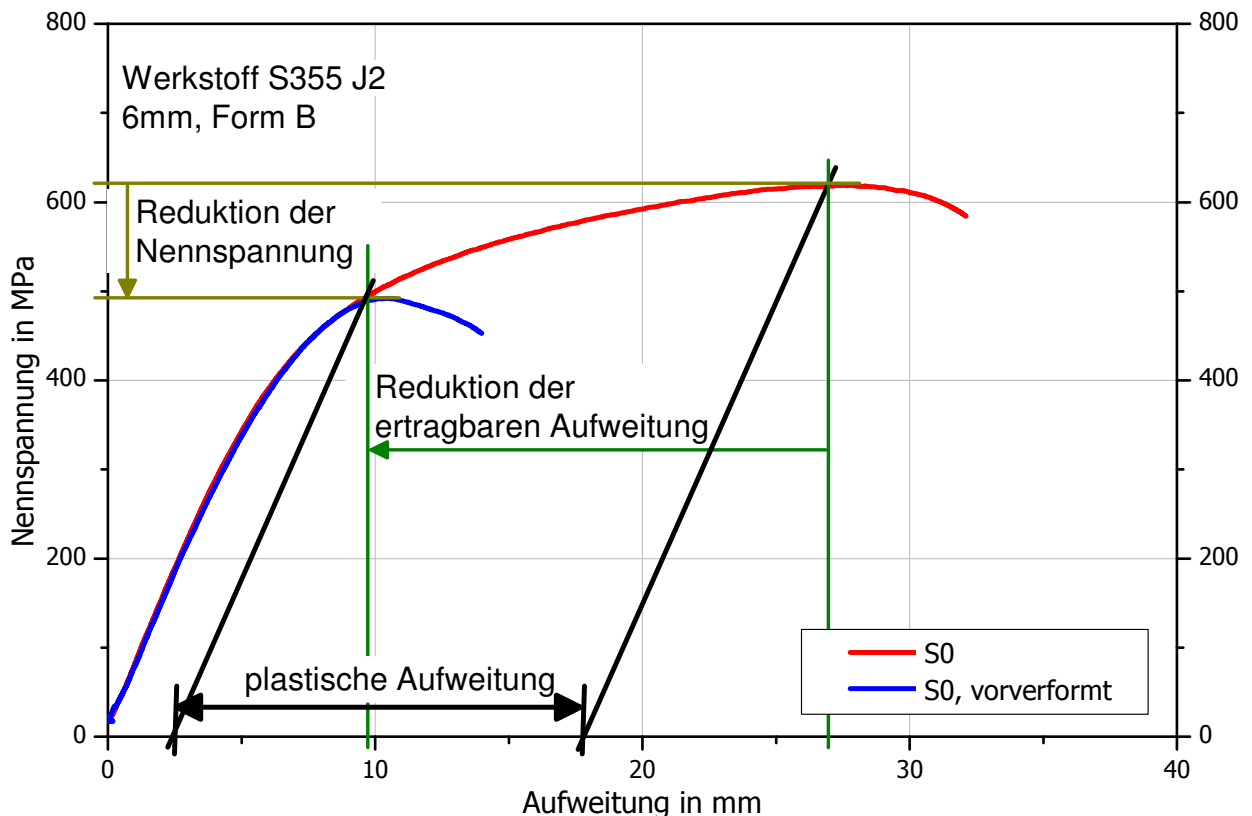


Bild 6-79: Einfluss einer Kaltverformung des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B im Zugversuch TL in der Schmelze S0 (Reinzink)

Die vorverformte Probe erreicht eine Nennspannung von maximal 500MPa und liegt damit deutlich unter dem Wert von etwa 610MPa der nicht vorverformten Probe. Gravierender sind die Unterschiede der erreichten Aufweitungen im Spannungsmaximum. Bei der vorverformten Probe geht die plastische Aufweitung gegenüber der unverformten auf etwa 1/5 zurück.

Durch die Kaltverformung ändert sich der Werkstoffzustand der Probe, was bei den in der Salzsäure durchgeführten Zugversuchen deutlich wird (**Bild 6-80**). Im Vergleich zur nicht verformten Probe des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form D, werden bei der kaltverformten und der niedrigeren Prüfgeschwindigkeit TL zu Beginn des plastischen Bereichs höhere Spannungswerte erreicht. Im Laufe des Versuchs werden die durch die Verfestigung erzeugten Spannungsüberhöhungen abgebaut und die aus 3 Einzelversuchen gemittelte Kurve nähert sich asymptotisch an die Kurve der nicht-verformten Probe (Mittelwert aus 5 Einzelversuchen) an. Wie in den vorherigen Ausführungen beschrieben, ist dabei die Tauchdauer von Bedeutung, da

sich Eigenspannungen infolge der bei dieser Versuchsführung relativ langen Einwirkdauer der Temperatur, über die Zeit allmählich abbauen.

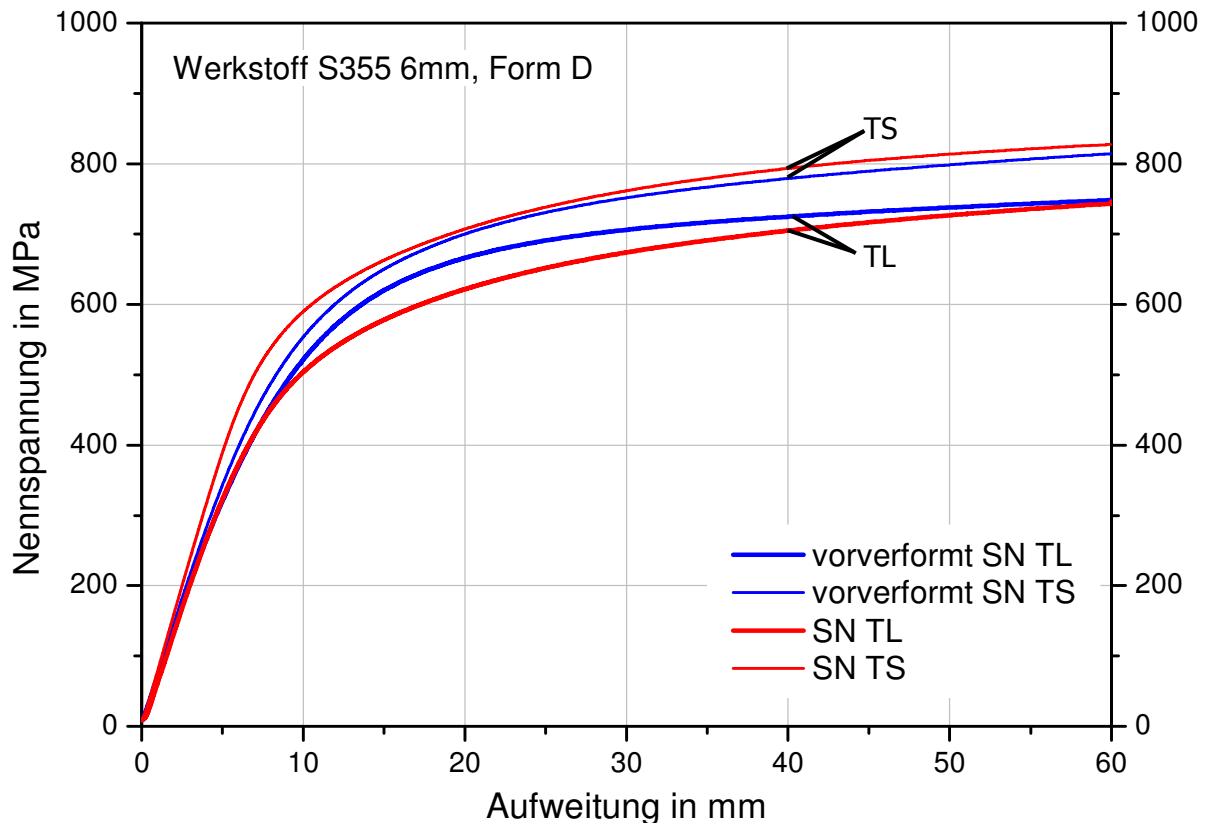


Bild 6-80: Vergleich von vorverformter und nicht-verformter Probe des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form D in der Salzsäure, Zugversuche TL und TS

Für die schnelle Prüfgeschwindigkeit TS ist der Versuchsverlauf der kaltverformten Probe des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form D im Vergleich zur nicht-verformten Probe bis auf geringe Abweichungen im elastischen Bereich nahezu identisch. Hier wird die Beanspruchung in der Probe aufgrund der schnellen Versuchsführung innerhalb kürzester Zeit so groß, sodass die Wirkung der durch die Vorverformung induzierten Eigenspannungen nicht mehr zum Tragen kommen.

Im Zeitstandversuch zeigt sich ein ähnlich ausgeprägter Einfluss der Kaltverformung wie bei den Zugversuchen (**Bild 6-81**). Im Vergleich zu den vorherigen Darstellungen sind hier Mediankurven gezeigt, da dadurch spezifische Aspekte bei Betrachtung der vorverformten Proben besonders deutlich werden. Gezeigt sind Kurven aus rund jeweils 2 bis 5 Einzelversuchen in den Schmelzen S0, S2b und S9a geprüften und vorverformten Proben des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B. In Reinzink reduzieren sich bei vergleichbaren Versagenszeiten die anlegbaren Nennspannungen für die Bild 6-81 nicht dargestellten nicht-verformten Proben von etwa 600MPa bzw. 560MPa auf 400MPa bzw. 320MPa und 240MPa für die verformten Proben (Bild 6-81, rote Kurven). In der mit 1% Blei und 1% Zinn legierten Schmelze S9a reduzieren sich die anlegbaren Nennspannungen bei den hier nicht dargestellten nicht-verformten Proben von 520MPa bzw. 480MPa bei vergleichbaren Versagenszeiten auf 320MPa bzw. 240MPa bei den verformten Proben (Bild 6-81, grüne Kurven). Bei der angelegten Nennspannung von 320MPa sind die Streuungen der Versuchszeiten in den verschiedenen Schmelzen offenbar weniger stark

Versuchs in der Übersicht und im Detail dar. Dabei zeigt sich neben einem langen scharfen Riss, der weit ins Grundmaterial eindringt (rund 4,3mm), ein verhältnismäßig kleiner Nebenriss mit rund 300µm Länge. Im **Bild 6-84** ist die metallografische Auswertung der Probe des in Position B abgebrochenen Versuchs dargestellt. Hierbei zeigen sich zwei nebeneinanderliegende Risse, die mehrere Millimeter tief ins Grundmaterial eindringen. Eine Detailaufnahme der Risspitze ist im **Bild 6-85** abgebildet. Wie sich im Abschnitt 6.5.2 zeigt, ist dieser Bereich durch die Kaltverformung druckeigenspannungsbehaftet, sodass das Risswachstum zunächst zum Erliegen kommt (Bild 6-81, Position B). Bei fortschreitender Belastungsdauer durchstoßen der oder die Risse den Druckeigenspannungsbereich. Durch die Beanspruchung zusätzlich erhöhenden Zugeigenspannungen versagt die Probe schlagartig, ohne dass es der Kurvenverlauf bis zum Abknicken der Kurve bei rund 6000sec Tauchdauer vermuten lassen würde.

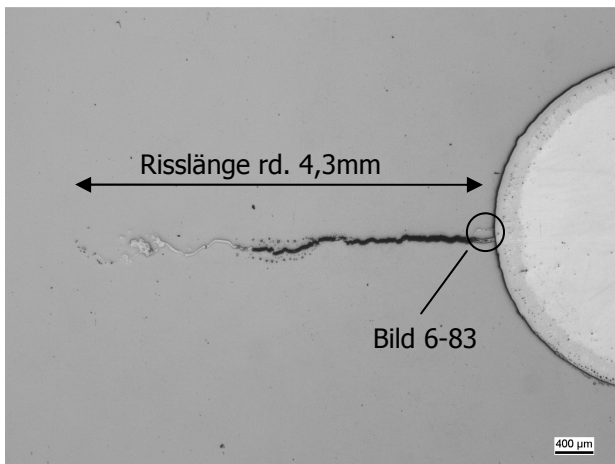


Bild 6-82: Schliffbild einer in Position A aus Bild 6-81 abgefangenen Probe

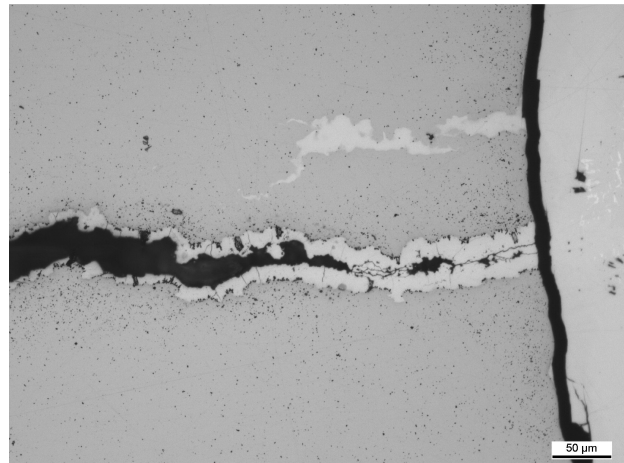


Bild 6-83: Detailaufnahme aus Bild 6-82

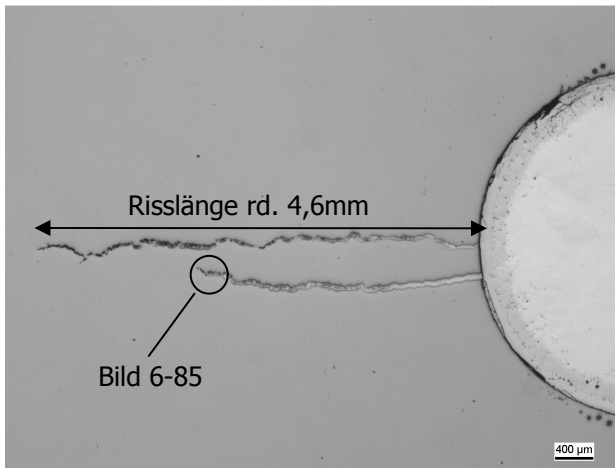


Bild 6-84: Schliffbild einer in Position B aus Bild 6-81 abgefangenen Probe

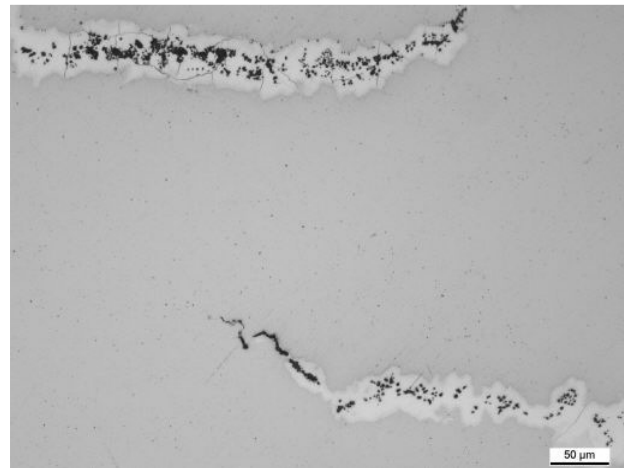


Bild 6-85: Detailaufnahme aus Bild 6-84

Einen Vergleich der im Zeitstandversuch in der Reinzinkschmelze an Proben des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B angelegten Nennspannungen verdeutlicht **Bild 6-86**. Ausgehend von den nicht vorverformten Proben beträgt der Unterschied zu den verformten Proben in den angelegten Nennspannungen bei kürzeren Versuchszeiten rund 200MPa, bei längeren Versuchszeiten (rund 1000sec) beträgt der Unterschied rund 250MPa.

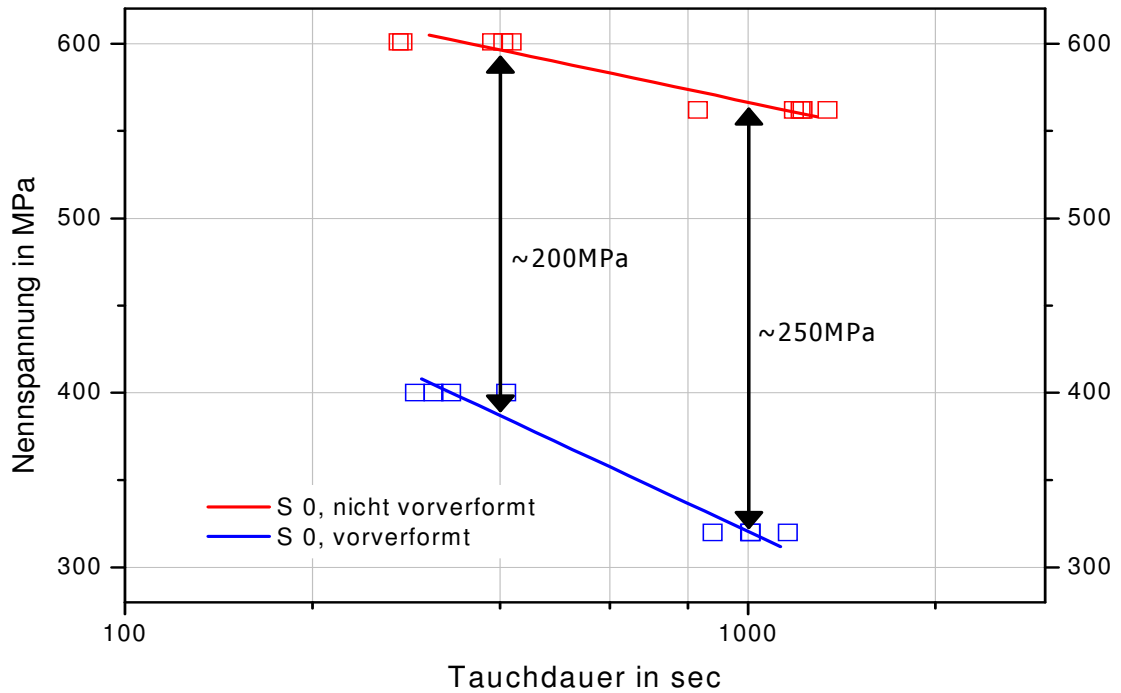


Bild 6-86: Vergleich vorverformte und nicht-verformte Proben des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B im Zeitstandversuch, Schmelze S0

Mit zunehmender Tauchdauer wird die maximal anlegbare Nennspannung bei den vorverformten Proben verhältnismäßig stärker reduziert als bei den nicht-verformten, was die Bedeutung einer Vorverformung auf die maximal ertragbare Nennspannung im Zeitstandversuch untermauert. Tastversuche, die mit vorverformten und nicht-verformten Proben in legierten Zinkschmelzen durchgeführt wurden, belegen die gegenüber den nicht-verformten Proben stärkere Reduktion der anlegbaren Nennspannung mit zunehmender Tauchdauer.

Unter Berücksichtigung der röntgenografisch ermittelten Eigenspannungsverläufe aus Bild 6-78 zeigt sich, dass die Risse in den Bildern 6-82 und 6-84 mit über 4mm Länge bereits weit im Druckspannungsbereich liegen und das Risswachstum dort aufgrund der starken Druckeigenspannungen zum Erliegen kommt. Es ist davon auszugehen, dass durch die fortschreitende Tauchdauer und dem damit verbundenen Temperatureinfluss die Druckeigenspannungen abgebaut werden und das Risswachstum sich zunächst stark verzögert fortsetzt (Plateaubereiche im Kurvenverlauf der Schmelzen S0 und S2b aus Bild 6-81). Durchstößt der Riss im weiteren Versuchsverlauf den Druckspannungsbereich (Bild 6-81, Position B rd. 5000sec) und addieren sich die an den Proben von außen anliegenden Kräfte zu den dort vorherrschenden Zugeigenspannungen, versagt die Probe abrupt, ohne dass Gegenmaßnahmen (vorzeitiger Versuchsstop etc.) getroffen werden können. Der im Bild 6-81 diskutierte Plateaubereich ist ausschließlich bei den niedrig legierten Schmelzen S0 und S2b ausgeprägt. Bei den höher legierten Schmelzen tritt die durch die höheren Anteile an Legierungselementen bedingte Schwächung der Korngrenzen in den Vordergrund, was zu einem schnelleren Risswachstum führt. Der Abbau von Eigenspannungen infolge des Temperatureinflusses spielt dann eine untergeordnete Rolle.

Bei Betrachtung der Schliffbilder 6-82 bis 6-85 in Verbindung mit dem Eigenspannungsverlauf aus Bild 6-77 ist zu beachten, dass die metallografischen Aufnahmen am Schliff in der

Probenmitte angefertigt wurden (siehe Abschnitt 4.3), da dort der ebene Dehnungszustand (EDZ) dominiert und der Riss nach theoretischen Überlegungen am weitesten ins Material eingedrungen ist. Die röntgenografischen Eigenspannungsmessungen wurden aus Praktikabilitätsgründen an der vom ebenen Spannungszustand (ESZ) maßgeblich beeinflussten Oberfläche der Probe durchgeführt. Es ist davon auszugehen, dass dort niedrigere Eigenspannungswerte vorliegen als im Bereich der Schliffentnahme in der Probenmitte. Darüberhinaus wurden die metallografischen Untersuchungen an Proben des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B (Kerbhöhe 12mm) angefertigt, während die röntgenografischen Ermittlungen der Eigenspannungen an Proben aus dem Werkstoff S355 J2 6mm, Form D (Kerbhöhe 18mm) durchgeführt wurden. Bei beiden Werkstoffen handelt es sich zwar um dasselbe Ausgangsmaterial, die jeweilige Kerbgeometrie ist jedoch unterschiedlich zu bewerten. Es ist allerdings davon auszugehen, dass sich der grundsätzliche Verlauf der experimentell ermittelten Eigenspannungen aus den Bildern 6-77 und 6-78 (Form D) auf die Form B übertragen lässt. Die Spannungmaxima dürften dann aufgrund der geringeren Kerbhöhe der Probenform B hin zu kleineren Ligamenttiefen (Randabständen) verschoben sein.

Aufgrund der Ergebnisse aus den Härteuntersuchungen sind Verfestigungen als zwingende Voraussetzung für eine Rissbildung bei dem Werkstoff S355 J2 auszuschließen. Wie gezeigt wurde, sind Eigenspannungen die maßgebliche Ursache für die Reduktion der Beanspruchbarkeit der Probe. Die ertragbaren Spannungen und Dehnungen nehmen infolge einer Kaltverformung ab und in Verbindung mit Wärmedehnungen, die beim Eintauchen in die Schmelze entstehen, wird die Gefahr einer LMAC Rissbildung erhöht. Nachfolgend beschriebene Experimente bestätigen qualitativ, dass eine vorherige homogene Kaltverformung ohne nennenswerte Belastung in der Schmelze zu keinen Anrissen führt. Aus von U-Proben abgetrennten Schenkeln des Werkstoffs S355 J2, 6mm wurden rechteckförmige Längsproben hergestellt und unter einer Zugbeanspruchung bis in den plastischen Bereich homogen verformt (**Bild 6-87**). Die Proben wurden anschließend für etwa 10min in der hochlegierten Schmelze S9a verzinkt und die Oberfläche metallografisch auf Risse hin untersucht. Im Querschliff wurden dabei keine Anrisse festgestellt. Eine homogene Kaltverformung ist in Bezug auf das Risiko der LMAC Rissbildung offenbar unkritischer zu bewerten als die oben dargestellte inhomogene Verformung.

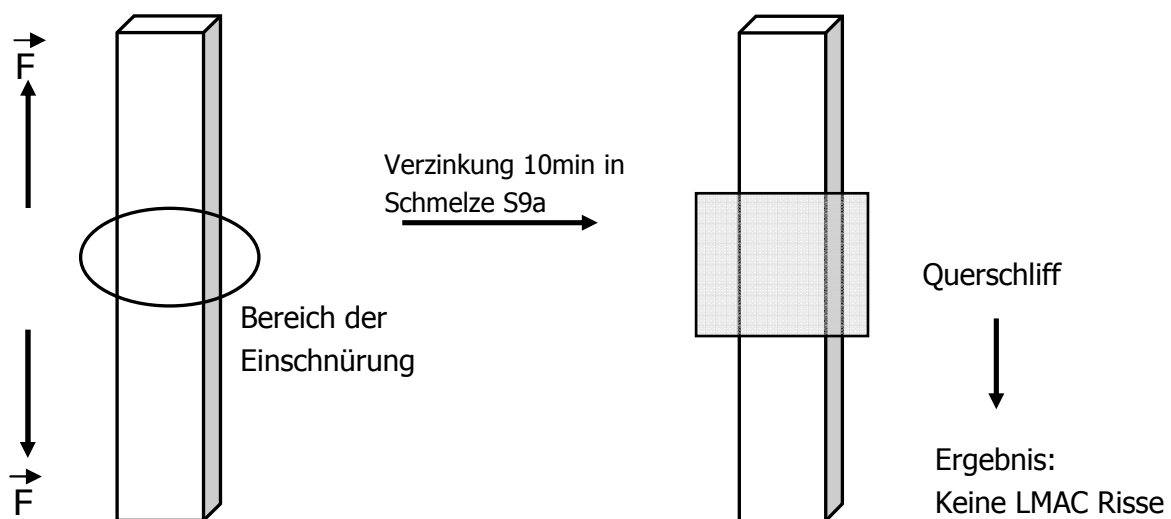


Bild 6-87: Homogen vorverformte in Schmelze S9a verzinkte Flachproben des Werkstoffs S355 J2, 6mm

6.6 Einordnung der Untersuchungsergebnisse in das Bemessungskonzept der DAST Richtlinie 022

Die bereits in anderen Zusammenhängen zitierte DAST Richtlinie 022 beinhaltet ein Bemessungskonzept mit dem Ziel der Beschreibung von Voraussetzungen unter denen Rissbildung entsteht bzw. verhindert werden kann. Dazu wurden an der RWTH Aachen umfangreiche Untersuchungen mit LNT Proben /FEL2008, AIF14545N, PIN2009/ durchgeführt, auf deren Grundlage eine mathematische Vorgehensweise erarbeitet wurde. Dabei wird die im Versuch auf der Basis von Dehnungen ermittelte Beanspruchbarkeit des Bauteils unter Berücksichtigung eines Sicherheitsbeiwerts in Relation zur tatsächlichen Beanspruchung des Bauteils gesetzt. Mathematisch betrachtet wird eine Grenzbedingung definiert, wobei grundsätzlich zwei Fälle unterschieden werden:

Die Grenzbedingung *Eintauchbedingung* stellt den instationären Fall des Verzinkungsvorgangs dar, der in der vorliegenden Arbeit nach /ADE2010/ durch den Zugversuch abgebildet wird (**Gleichung 6-2**). Neben verschiedenen den Verzinkungsvorgang betreffenden Parametern (siehe /DASTri022/) fließen in die Grenzbedingung über einen Anpassungsfaktor (k_c) auch konstruktive und werkstofftechnische Details ein. Der Kaltverformungsgrad wird in k_c ebenfalls berücksichtigt.

Gleichung 6-2:

$$k_c \cdot \frac{h \cdot 2\alpha}{C \cdot s \cdot \rho \cdot v} \cdot \frac{1}{\ln \frac{T_v - T_{Bad}}{419^\circ - T_{Bad}}} \leq 1$$

- h Bauteilhöhe in mm
- s Blechdicke in mm
- α Effektiver Wärmeübergangskoeffizient des flüssigen Zinkbades in W/m²K
- C spezifische Wärmekapazität des Stahls 600 J/kgK
- ρ Wichte des Stahls 7800 kg/m³
- T_{Bad} Temperatur des flüssigen Zinkbades (~450°C)
- T_v Vorwärmtemperatur des Bauteils aus dem Trockenofen in °C
- k_c Anpassungsfaktor je nach konstruktiver Ausbildung
- v Eintauchgeschwindigkeit in m/sec

Die Grenzbedingung *Verweilzeit* beschreibt den stationären Fall des Verzinkungsvorgangs, der nach /ADE2010/ durch den im Abschnitt 3.2.2 beschriebenen Zeitstandversuch abgebildet wird. Mathematisch betrachtet fließen hierbei die Tauchdauer in der Zinkschmelze, die einwirkende Beanspruchung und die in Abhängigkeit der drei Zinkbadklassen zu wählende Dehnungsbeanspruchbarkeit (plast. Dehnbarkeit) in die Berechnung mit ein (**Tabelle 6-11**).

Tabelle 6-11: Einteilung der Zinkbadklassen (nach /DASTri022/)

Zinkbad- klasse	Zinkschmelzenanteile in %					Wärme- übergangs- koeffizient in W/m ² K	plast. Dehnbarkeit α in %
	Sn	Pb + 10 Bi	Ni	Al	Summe weiterer Elemente		
1	< 0,1	< 1,5	< 0,1	< 0,1	< 0,1	3.000	12
2	0,1 - 0,3	< 1,5	< 0,1	< 0,1	< 0,1	6.000	6
3	> 0,3	< 1,3	< 0,1	< 0,1	< 0,1	12.000	2

Im Vergleich zum Grenzfall *Eintauchbedingung* bleiben im Grenzfall *Verweilzeit* Eigenspannungen, die im Vorfeld durch eine homogene oder inhomogene Kaltverformung entstehen, unberücksichtigt, da davon ausgegangen wird, dass sich diese durch den Temperatureinfluss abbauen bzw. in der Praxis nicht auswirken. Diese Annahme wurde in dieser Arbeit im Abschnitt 6.5 widerlegt. Obwohl sich die Maxima der Eigenspannungen mit fortschreitender Zeit bei Temperaturexposition zwar reduzieren, bleiben die Verläufe qualitativ erhalten und die Eigenspannungen werden nur geringfügig abgebaut (siehe Bild 6-78).

Es ist allerdings zu beachten, dass der Grenzfall Eintauchbedingung in Bezug auf die mathematische Beschreibung als notwendige Bedingung formuliert ist. Das bedeutet: Würde die Bedingung Eintauchen nicht erfüllt werden, so ist das Ergebnis des Grenzfalles Verweilzeit unerheblich, da immer beide Grenzfälle zu betrachten sind.

Die Übertragung des Bemessungskonzepts auf die vorliegenden Versuche ist aufgrund der Art der Versuchsführung nur bedingt anwendbar. Im Grenzfall Eintauchbedingung wird z.B. davon ausgegangen, dass das Bauteil -wie in der Praxis üblich- bei Umgebungstemperatur mit einer bestimmten Geschwindigkeit in die Schmelze eingetaucht wird. Bei den in dieser Arbeit diskutierten Laborversuchen ist der Sachverhalt insofern unbedeutend, da die Proben nach dem Eintauchen rund 30sec unter einer Vorlast stehen und somit bis zum Versuchsstart durchgewärmt sind. Alle in der DAST Richtlinie für die instationäre Phase der Verzinkung berücksichtigten und relevanten Vorgänge sind nach der Durchwärmung der Laborproben abgeschlossen. Unabhängig von konstruktiven oder werkstofftechnischen Details und Kaltverformungen simuliert der hier entwickelte Zugversuch unter reproduzierbaren Ausgangsvoraussetzungen die Zugbeanspruchung, die die Randschicht eines Bauteils während der instationären Phase erfahren würde.

In der Grenzbedingung *Verweilzeit*, die durch den Zeitstandversuch abgebildet wird, werden, wie oben beschrieben, die einwirkenden Dehnungen und die Tauchdauer zu der in Abhängigkeit der Zinkbadklassen zu wählenden plastischen Dehnbarkeit in Relation gesetzt (**Gleichung 6-3**). Demnach reduziert sich die maximal zulässige Verzinkungszeit umso mehr, je größer die einwirkenden Dehnungen werden. Werden die maximal zulässigen Werte überschritten, d.h. ist die Bedingung aus Gleichung 6-3 nicht erfüllt, sind mit hoher Wahrscheinlichkeit Verzinkungsrisse zu erwarten.

Gleichung 6-3:

Hierbei bedeuten:

$$\frac{t \cdot \epsilon_{ES}}{5 \cdot \epsilon_{ref}} \leq 1,0$$

t: Tauchdauer in min

ϵ_{ES} : einwirkende Dehnungen in %

ϵ_{ref} : plastische Dehnbarkeit in Abhängigkeit der Zinkbadklassen

Soll auf der Basis der in der Arbeit durchgeführten Zeitstandversuche eine vergleichbare Grenzbedingung unter Berücksichtigung des gleichen Sicherheitsfaktors hergeleitet werden, so sind die folgenden Werte zu verwenden:

t: 800sec \approx 13min (Referenztauchdauer im Zeitstandversuch)

ϵ_{ES} : \approx 9% als maximale Dehnung im Zeitstandversuch in der Schmelze S0 (Reinzink), Werkstoff S355 J2 6mm Form B, (11,5%, Form D) aus Abschnitt 6.3

ϵ_{ref} : 12%, Schmelze S0 ist nach der DAST Richtlinie 022 (Tabelle 6-11) in die Zinkbadklasse 1 einzuordnen

$$\frac{t \cdot \epsilon_{ES}}{5 \cdot \epsilon_{ref}} \leq 2,0 \text{ (2,5 für Form D)}$$

Gleichung 6-4

Wie im Abschnitt 6.3 gezeigt wurde, ergibt sich für den Werkstoff S355 J2 6mm und der Form B (Form D) ein maximaler Dehnungswert von 9% (11,5%) und damit aus Gleichung 6-4 eine obere Grenze von rund 2 (2,5). Die Forderung der DAST Richtlinie 022 ist mit einer Grenze von 1,0 aus der Gleichung 6-3 hier allerdings schärfer (konservativer) angesetzt. Das bedeutet, dass die Grenzen innerhalb derer es nach der Berechnung zu keiner verzinkungsbedingten Rissbildung kommt, in der DAST Richtlinie enger gesetzt sind als durch Verwendung der Probenformen B und D des Werkstoffs S355 J2 6mm und der Zinkschmelze S0 möglich wäre. Das Bemessungskonzept ist daher unter den beschriebenen Voraussetzungen als ausreichend anzusehen. Zu beachten ist, dass die hier verwendeten Werte von rund 9% bzw. 11,5% Dehnung ausschließlich für eigenspannungsfreie, nicht vorverformte Proben gilt.

Die Auswirkungen von Kaltverformungen auf die Ergebnisse wurden bereits im Abschnitt 6.5 diskutiert. Beispielsweise nehmen in der Reinzinkschmelze die Aufweitungen im (langsamen) Zugversuch um rd. 80% ab (siehe Bild 6-79), im Zeitstandversuch reduziert sich die maximal anlegbare Nennspannung bei 800sec Tauchdauer um rund 40% (**Bild 6-88**). Die dabei maximal erreichbare Aufweitung reduziert sich von rund 16mm (um die Mikrorissbildung korrigierter Wert) gegenüber den unverformten Proben um rund 60% auf 6,2mm (nicht korrigierter Wert) der kaltverformten Proben (**Bild 6-89**).

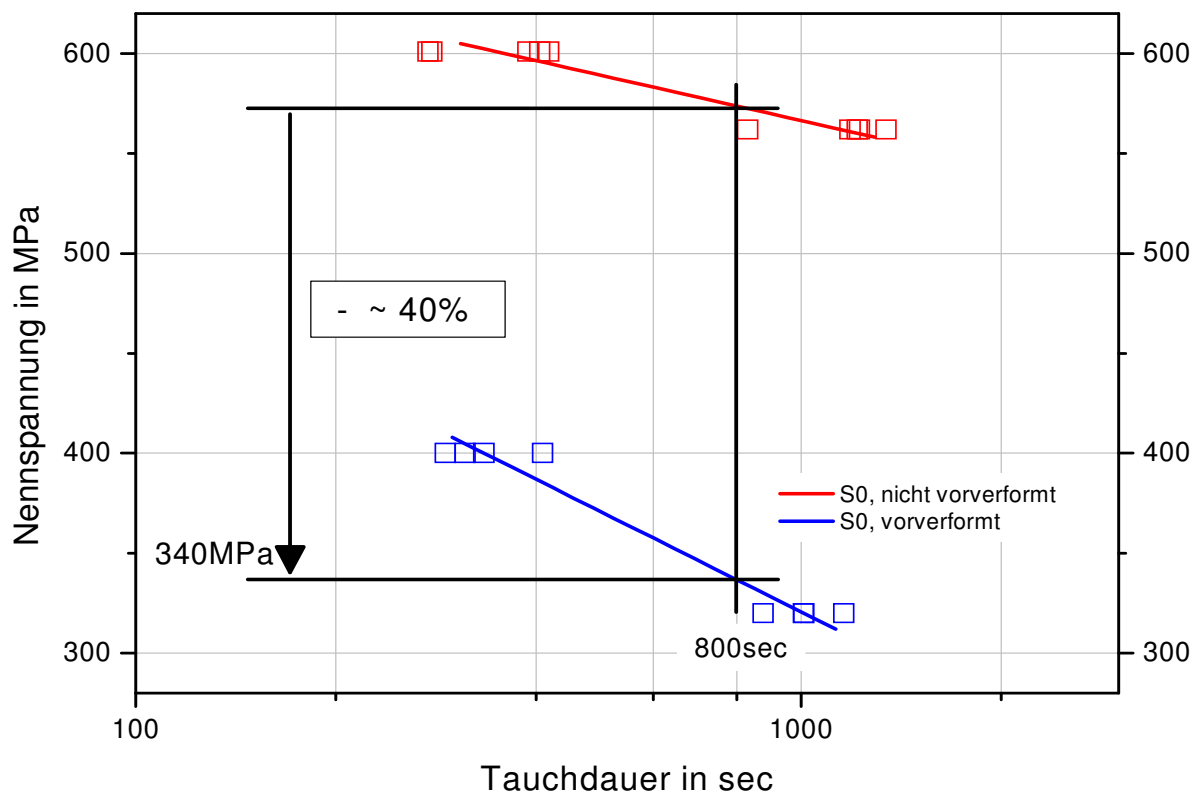


Bild 6-88: Zeitstandversuche in der Schmelze S0, Vergleich der vorverformten und nicht-vorverformten Proben des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B

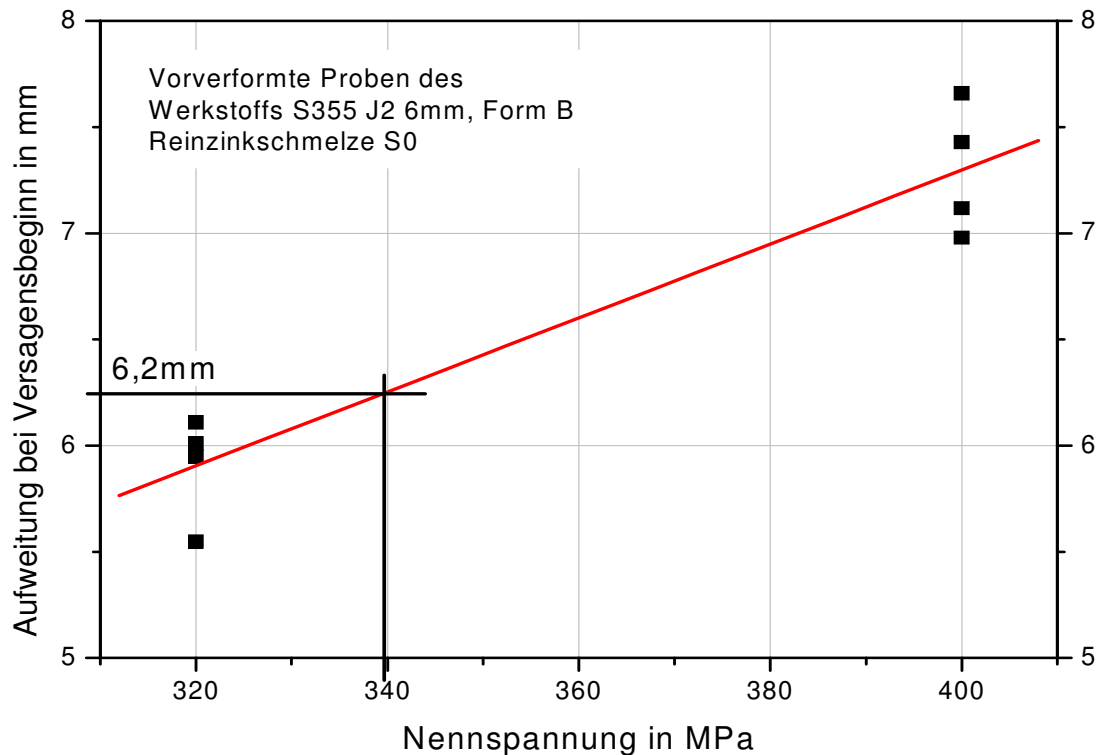


Bild 6-89: Zusammenhang zwischen angelegter Nennspannung und maximal erreichbarer Aufweitung aus den Zeitstandversuchen in der Schmelze S0 mit vorverformten Proben aus dem Werkstoff S355 J2 6mm, Form B

Bei Annahme einer für vorverformte Zeitstandproben des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B unter Einwirkung einer Reinzinkschmelze S0 maximal erreichbaren Aufweitung von 6,2mm aus Bild 6-89, entsprechend einer Dehnung von 1,9% (siehe Bild 5-13), ergibt sich analog zur Gleichung 6-4 mit den folgenden Werten:

t : 800sec \approx 13min (Referenztauchdauer im Zeitstandversuch)

ϵ_{ES} : \approx 1,9% als maximale Dehnung im Zeitstandversuch in der Schmelze S0 (Reinzink), Werkstoff S355 J2, 6mm Form B, vorverformt

ϵ_{ref} : 12%, Schmelze S0 ist nach der DAST Richtlinie 022 (Tabelle 6-11) in die Zinkbadklasse 1 einzuordnen

$$\frac{t [min] \cdot \epsilon_{ES}}{5 \cdot \epsilon_{ref}} \leq 0,4$$

Gleichung 6-5

Die Forderung des Grenzfalles Verweilzeit wird nach **Gleichung 6-5** deutlich unterschritten, die Grenze von 1,0 aus Gleichung 6-3 ist zu hoch angesetzt. Wie bereits weiter oben beschrieben, wird davon ausgegangen, dass sich die Eigenspannungen in der Schmelze abbauen und daher an Wirkung verlieren, was vor dem Hintergrund der im Abschnitt 6.5 gezeigten Ergebnisse kritisch zu bewerten ist. Desweiteren ist zu beachten, dass die für die vorverformten Proben errechnete Dehnung von 1,9% nicht durch die zusätzliche Aufweitung aufgrund der Mikrorissbildung korrigiert und daher noch zu hoch angesetzt ist.

Aufgrund der im Rahmen dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse sollte das in der DAST Richtlinie 022 aktuell vorliegende Bemessungskonzept für den Grenzfall Verweilzeit, insbesondere im Hinblick auf eigenspannungsbehaftete Bauteile, einer sorgfältigen Überprüfung unterzogen werden.

6.7 Zusammenfassung Abschnitt 6

Ein Teil des Prüfverfahrens besteht in der isolierten Betrachtung der Einflussgrößen Werkstoff(zustand), Zinkschmelze und Beanspruchung. Um den alleinigen Einfluss der Zinkschmelze zu untersuchen, wurden nach Bearbeitungszustand 3 (gefräst, poliert und spannungsarm gegläht) hergestellte Flachproben des Werkstoffs S355 J2 6mm für 15sec, 15min und 24h lastfrei in den Zinkschmelzen S0 und S9a ausgelagert. Dabei konnten in metallografischen Untersuchungen unabhängig von der verwendeten Zinkschmelze bis zu einer praxisüblichen Verzinkungsdauer von 15min keine Schädigungen der Korngrenzen festgestellt werden. Erst nach einer für die betriebliche Praxis unüblichen Verzinkungsdauer von 24h zeigten sich in beiden Zinkschmelzen ausgehend vom Rand der Probe, Anrisse in der Größenordnung von 1 bis 2 Kornlagen, die für den verwendeten Werkstoff als unkritisch anzusehen sind. Unter der Vorbedingung einer lastfreien Verzinkung ohne Einfluss einer Wärmespannung, Lastspannung etc. kann bei Verwendung des Werkstoffs S355 J2 daher eine LMAC Schädigung ausgeschlossen werden.

Zur Untersuchung der Beanspruchungssituation wurden für 15min in den Schmelzen S0 und S9a verzinkte Flachproben des Werkstoffs S355 J2 6mm (Bearbeitungszustand 3) in einer Vierpunkt Biegevorrichtung für rd. 40h einem Zeitstandversuch mit einer angelegten Nennspannung von etwa 480MPa ausgesetzt. Dabei wurde mit 415°C eine Umgebungstemperatur nahe der Schmelztemperatur von Reinzink gewählt (420°C), um nachzuweisen, ob diffusionsbedingte Prozesse unterhalb der Solidustemperatur Korngrenzenschädigungen auslösen können. Im metallografischen Schliff konnten lediglich auf der Biegezugseite Anfangsdefekte festgestellt werden, die bei der in der hochlegierten Schmelze S9a verzinkten Probe geringfügig größer ausfallen als bei der in der Reinzinkschmelze S0 verzinkten. Die Ergebnisse belegen die korngrenzenschädigende Wirkung von Zink unter Einwirkung von Zugspannungen und knapp unterhalb der Schmelztemperatur von Reinzink. Für die betriebliche Praxis in einer Verzinkerei ist das Ergebnis insofern von Bedeutung, da frisch feuerverzinkte Teile bei einer Stückverzinkung direkt übereinander bzw. in der Nähe zueinander gelagert werden und so eine hinreichende Wärmeabfuhr unter Umständen nicht gegeben ist. Bei der Abkühlung können im Verzinkungsgut Zugspannungen entstehen, die in Verbindung mit der weiterhin hohen Bauteiltemperatur im ungünstigen Fall zu Anrissen führen können.

Bei der kombinierten Betrachtung der Einflussgrößen Werkstoff(zustand), Zinkschmelze und Beanspruchung wurden U-Proben der Werkstoffe S355 J2 6mm, Form B und D, S355 J2 10mm, P460 und S690 Q in mit Blei, Zinn und Wismuth unterschiedlich legierten Schmelzen verzinkt und im Zug- und Zeitstandversuch geprüft. Die Zugversuche wurden mit den Abzugsgeschwindigkeiten 0,05mm/sec und 1,00mm/sec durchgeführt. Die Wahl der im Zeitstandversuch angelegten Nennspannungen ist abhängig von den verwendeten Werkstoffen und Zinkschmelzen. Gut auswertbare Versuchszeiten liegen hier zwischen 5min und 60min.

Beim Vergleich der in der neutralen Salzsäure-Schmelze SN mit den in den Zinkschmelzen durchgeführten Zugversuchen wurden bei vergleichbaren Nennspannungen deutliche Unterschiede in den Aufweitungen ersichtlich. In metallografischen Untersuchungen von vor dem Spannungsmaximum abgefangenen Zugversuchen (Reinzink) zeigten sich zum Teil mehrere Risse, deren Länge je nach Aufweitung der Probe wenige μm bis mehrere 100 μm betragen.

Jeder einzelne Riss trägt zu einer Überhöhung der im Spannungsmaximum gemessenen Aufweitung bei (Mikrorissbildung), was zu einer Überschätzung der ertragbaren Aufweitung führt. Diese zusätzliche Mikrorissbildung wird für den Zug- und den Zeitstandversuch mit einer jeweils eigenen Vorgehensweise korrigiert. Maßgeblich sind bei beiden Versuchsarten die um die Mikrorissbildung korrigierten Aufweitungen, die mittels der FEM Analyse in korrigierte Dehnungen umgerechnet wurden. Die in den Zug- und Zeitstandversuchen ermittelten (korrigierten) Dehnungen zeigen unabhängig vom Werkstoff mit zunehmendem Gehalt an Legierungselementen eine systematische Abschwächung, wobei der Zeitstandversuch die niedrigsten (konservative) Ergebnisse liefert. Ausschließlich bei der im schnellen Zugversuch hohen Prüfgeschwindigkeit zeigen sich signifikante Unterschiede von zinn- und nicht zinnhaltigen Schmelzen. In den zinnhaltigen Schmelzen wurden hier niedrigere Aufweitungen erzielt als im langsamen Zugversuch. Bei den hier verwendeten Werkstoffen ist Zinn als Beigabe zur Zinkschmelze insgesamt kritischer zu bewerten als Blei und Wismuth.

Bei Verwendung niedrigfester Stähle (S355 J2) und niedrig legierter Schmelzen (z.B. S1a,b oder 2a,b) sowie Reinzink kommt es tendenziell zu mehreren Rissen und dort zu Rissabstumpfung aufgrund der hohen Verformungsfähigkeit des Stahls. Dadurch werden die aufgrund der Öffnung des Risses geometrisch bedingten Aufweitungen überlagert und im Verhältnis zur absoluten Risslänge relativ hohe Aufweitungen gemessen, wodurch eine Korrektur um die zusätzlichen Aufweitungen nach Abschnitt 5.5 erforderlich wird. Eine Rissabstumpfung und damit eine erforderliche Korrektur der Dehnungen tritt besonders bei kurzen Versuchsdauern (hohe Prüfgeschwindigkeit) auf. Im Fall langer Versuchsdauern (Zugversuch mit $v_T=0,05\text{mm/sec}$ und Zeitstandversuch) überwiegt die durch die Legierungselemente hervorgerufene Schädigung der Korngrenzen, die erst unter zeitlicher Einwirkung zum Tragen kommt. Die Rissabstumpfung tritt dann in den Hintergrund und eine Korrektur der Dehnungen kann entfallen.

Aus Tastversuchen mit dem Werkstoff 42CrMo4 in normalisiertem Zustand und in zwei unterschiedlichen Vergütungszuständen geht bei der LMAC Rissbildung ein deutlicher Einfluss der Festigkeit hervor. Die Wirkung der Zinkschmelzen tritt unabhängig von den Legierungsbestandteilen in den Hintergrund und es dominiert der Werkstoffzustand. Um den Einfluss des Werkstoffzustands an anderer Stelle zu verdeutlichen, wurden Versuche mit vorverformten U-Proben durchgeführt. Die Probenschenkel werden maschinell auf Kontakt gedrückt und der Werkstoff im Bereich der Kerbe plastisch verformt. Aufgrund der Rückfederung der Probenschenkel werden somit in den Kerbgrund definierte Zugeigenspannungen eingebracht und über die Ligamenttiefe ein inhomogener Eigenspannungszustand erzeugt. Mit den so präparierten Proben des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B nehmen die Aufweitungen im Zugversuch um rund 40% ab und im Zeitstandversuch reduzieren sich die bei 800sec Tauchdauer ertragbaren Nennspannungen ebenfalls um rund 40%. Nach den vorliegenden Untersuchungen ist für die Rissentstehung die Gesamtspannung ausschlaggebend, die beim Verzinkungsvorgang auf die (inhomogen) verformte Probe einwirkt. Insbesondere vor dem Hintergrund, dass zu verzinkende reale Bauteile selten frei von Eigenspannungen sind und während des Verzinkungsvorgangs je nach Größe des Bauteils aufgrund von Wärmedehnungen (zusätzliche) Zugspannungen entstehen können, decken sich die Ergebnisse mit Aussagen aus (/PIN2009/, /WES1966/ und /PAR1967/), wonach die für die Rissbildung zusätzlichen erforderlichen Belastungen in der Schmelze in Abhängigkeit von der Vordehnung zwar stark

abnehmen, aber stets erforderlich bleiben. Durch eine Vorverformung wird Dehnungsvermögen „verbraucht“, wie durch die vorliegenden Versuchsergebnisse belegt wird.

Die röntgenografischen Messungen von Eigenspannungen in vorverformten Proben bei unterschiedlichen Tauchdauern in der Schmelze SN zeigen die erwarteten Verläufe von sich abwechselnden Zug- und Druckspannungsbereichen mit zunehmendem Abstand vom Kerbgrund. Damit decken sich die Ergebnisse mit den im Versuch getroffenen Beobachtungen, insbesondere bei den niedrig legierten Zinkschmelzen S0 und S2b. Bei Proben von frühzeitig abgefangenen Zeitstandversuchen wurden in metallografischen Untersuchungen Risse festgestellt, deren weitere Ausbreitung aufgrund von Druckeigenspannungen verhindert wird. Erst durch die im Zeitstandversuch kontinuierlich anliegende Nennspannung in Verbindung mit dem Abbau von (Druck)Eigenspannungen durch den anhaltenden Temperatureinfluss kommt es unter Einwirkung des flüssigen Zinks zu einem weiteren Risswachstum und zum Bruch der Probe.

Generell ist bei den in der Arbeit durchgeführten metallografischen Auswertungen zu beachten, dass die Risse nur in einer Schliffebene untersucht werden. Weitergehende Kenntnisse über den räumlichen Verlauf der Risse und die Anzahl und Lage der Rissausgänge werden somit nicht erzielt. Alternativ können computertomografische Untersuchungen des in der Probe liegenden rissbehafteten Bereichs weiterhelfen.

Um die eigenen Ergebnisse kritisch zu beurteilen, wurden im Rahmen einer Sensitivitätsanalyse Untersuchungen zu den Einflüssen von Messungenauigkeiten bei Probenabmessungen, Tiegefüllstand, Schmelzentemperatur, statistische Versuchsauswertung und verschiedener die Versuche und den Versuchsablauf betreffenden Parametern durchgeführt. Unter Berücksichtigung aller quantifizierbaren Messungenauigkeiten konnte für in Reinzink untersuchte Proben des Werkstoffs S355 J2 6mm, Form B eine mögliche Abweichung der ertragbaren Aufweitung von etwa 10% im Zugversuch (TS) bzw. 9% im Zeitstandversuch ermittelt werden. Für das gezeigte Beispiel sind unter dem Aspekt der Fehleranfälligkeit die Versuchsvarianten Zug- und Zeitstandversuch gleichwertig.

Bei der Einordnung der Untersuchungsergebnisse in das Bemessungskonzept der DAST Richtlinie 022 zeigt sich für das Beispiel von in Reinzink geprüften Zeitstandproben des Werkstoffs S355 J2 6mm und den beiden Probenformen B und D jeweils ein höherer Richtwert als im Grenzfall „Verweilzeit“ der Richtlinie vorgesehen ist. Das Bemessungskonzept ist, unter den genannten Bedingungen, somit als ausreichend einzustufen. Bei Benutzung von vorverformten Proben sind die ertragbaren Dehnungen deutlich geringer, die Vorgabe der DAST Richtlinie 022, die für den genannten Grenzfall keine Unterschiede zwischen eigenspannungsfreien und eigenspannungsbehafteten Bauteilen macht, wird hier unterschritten. Für den Fall von vorverformten Proben (eigenspannungsbehafteten Bauteilen) ist der Richtwert des Grenzfalls „Verweilzeit“ im Bemessungskonzept zu hoch angesetzt.

7 Diskussion und Ausblick

Auf Grundlage des bisherigen Kenntnisstands ist bei einer LMAC Rissbildung von einer Versprödung der Korngrenzen auszugehen. Flüssiges Zink dringt entlang der Korngrenzen in das Grundmaterial ein, schwächt das Gefüge und in Verbindung mit einer Beanspruchung entsteht ein Riss, der in der Folge zum Versagen des Bauteils führen kann. Die atomaren Ursachen der Rissentstehung sind ebenso ungeklärt wie die genauen Umstände, unter denen eine LMAC Schädigung entsteht. Allgemein bekannt ist, dass bestimmte, der Zinkschmelze zugefügten Legierungselemente einen Einfluss auf die Gefahr der Rissbildung haben und dass lastinduzierte oder thermisch bedingte (Zug)Beanspruchungen den Riss auslösen können. Darüberhinaus kommt dem zu verzinkenden Werkstoff offenbar eine tragende Rolle zu, wobei sich ein Gesamtkomplex aus Werkstoff(zustand), Beanspruchung und Zinkschmelze bildet, was bei einer kritischen Überlagerung der drei einzelnen Einflussgrößen zu einer signifikant erhöhten Anzahl von Rissen führt. Unklar ist, wie stark sich die drei genannten Einflussgrößen gegenseitig begünstigen und wie hoch deren Anteil an einer Gesamtschädigung ist.

Da generelle Freigaben von Zinkschmelzen und Unbedenklichkeitserklärungen für Zinkschmelzen nicht möglich sind und immer der Gesamtkomplex Werkstoff-Zinkschmelze-Beanspruchung gesehen werden muss, wurde ein Prüfverfahren entwickelt, mit dem das im Einzelfall zu erwartende LMAC Risiko schnell und bezüglich der Indikation sicher abgeschätzt werden kann.

Kernpunkt des Verfahrens sind offene Biegeproben (U-Proben), die im Zug- und Zeitstandversuch in unterschiedlich legierten Zinkschmelzen geprüft werden. Dabei erweist sich der Zugversuch gegenüber dem Zeitstandversuch in Bezug auf den zeitlichen Aufwand, der Versuchsführung (Geschwindigkeitssteuerung statt Regelung auf eine konstante Kraft) und der Auswertung vorteilhafter. Allerdings liegt beim Zugversuch das Beanspruchungsniveau bei einem großen Teil der Versuchsdauer in einem für eine LMAC Schädigung unkritischen Bereich. Beim langsamen Zugversuch TL, der zu Versuchsdauern entsprechend den üblichen Verzinkungszeiten führt, werden die LMAC Bedingungen erst zu einem Zeitpunkt erreicht, bei dem bei in der Praxis auftretenden Schäden die Rissbildung vielfach bereits abgeschlossen ist.

Bei der hohen Versuchsgeschwindigkeit (TS) verschiebt sich bei den untersuchten Werkstoffen S355 J2, P460 und S690 Q unter dem Einfluss des Legierungselementes Zinn das Versagen systematisch zu kleineren Aufweitungen. In den zinnfreien Zinkschmelzen nimmt dagegen die erreichte Aufweitung mit der Prüfgeschwindigkeit zu. Vor dem Hintergrund der mit steigender Prüfgeschwindigkeit abnehmenden Aufweitungen in zinnhaltigen Zinkschmelzen sollten die Zugversuche mit zwei unterschiedlichen Prüfgeschwindigkeiten durchgeführt und mit jeweils mindestens vier Proben belegt werden. Der schnelle Zugversuch hat dabei die größere Praxisnähe.

Bei Betrachtung der Zusammensetzungen der Zinkschmelzen ist eine Beschränkung auf das Legierungselement Zinn, dem wie in /FEL2007, POH2007 u.a./, eine maßgebliche Rolle bei den aufgetretenen Schadensfällen zugesprochen wird, kritisch zu bewerten. Die Ergebnisse aus den Zug- und Zeitstandversuchen belegen, dass Zinn und insbesondere die Kombination aus Blei und Zinn als Bestandteile der Zinkschmelze eine besondere Rolle spielt, allerdings sind die Ergebnisse immer vor dem Hintergrund der Stahlqualität und der Versuchsbedingungen zu bewerten.

Bei für eine LMAC Schädigung ungünstigeren Werkstoffzuständen können sich nicht nur die in der Schmelze ertragbaren Spannungen und Dehnungen signifikant reduzieren, es kann sich auch der Einfluss der Zinklegierung verringern. Die Tastversuche am 42CrMo4 Stahl belegen die These. Hier trat das Bruchversagen jeweils noch im elastischen Bereich oder bei sehr kleinen plastischen Dehnungen und spontan ein, was unterstreicht, dass mit dem Ziel der sicheren Vermeidung von LMAC Schäden immer der Gesamtkomplex aus Werkstoff, Zinkschmelze und Beanspruchung betrachtet werden muss. Dabei ist zu beachten, dass die Beanspruchung maßgeblich durch die Geometrie des Verzinkungsguts und den Tauchvorgang bei der Verzinkung bestimmt wird.

Zahlreiche Untersuchungen von Schadensfällen belegen die höhere LMAC Empfindlichkeit an kalt umgeformten Teilen /POH2007, SED2004, ZGR2006/. Die dort getroffenen Aussagen bzgl. einer Kaltverformung wurden in der vorliegenden Arbeit durch inhomogene Verformungen der U-Proben bestätigt: Sowohl im Zugversuch als auch im Zeitstandversuch wurde ein wesentlicher Rückgang der ertragbaren Spannungen und plastischen Dehnungen festgestellt.

Für die Bestimmung der tatsächlich schädigungsfrei ertragbaren Dehnungen ist die Korrektur der Versuchswerte um die durch die Mikrorissbildung verursachte Dehnung unabdingbar. Dadurch wird der Aufwand bei der Ermittlung der ertragbaren plastischen Dehnungen ebenso erhöht wie durch die Erkenntnis, dass unter langsamer und schneller Versuchsführung das Verhalten der Stähle in den verschiedenen Schmelzen unterschiedlich ist. Bei hochfesten Werkstoffzuständen (z.B. Stahl 42CrMo4) kann die plastische Vergleichsdehnung nicht mehr als Kennwert verwendet werden und muss durch andere geeignete Kennwerte (z.B. Festigkeitskennwert) ersetzt werden. Wie dargestellt, sind im Einzelnen für einen bestimmten Werkstoffzustand folgende Arbeitsschritte durchzuführen:

1. Warmzugversuche zur Ermittlung des Werkstoffgesetzes bei der vorgegebenen Temperatur der Zinkschmelze,
2. FEM Analysen zur Berechnung des Zusammenhangs zwischen der Probenaufweitung und der plastischen Dehnung,
3. Referenzversuche in einer neutralen Umgebung, z.B. einer Salzschmelze,
4. langsame und schnelle Zugversuche,
5. Zeitstandversuche.

Der numerische Zusammenhang zwischen der Aufweitung der Probe in den Lasteinleitungspunkten und der Dehnung ist hauptsächlich von der Probengeometrie bestimmt und weniger von der exakten Formulierung des Werkstoffgesetzes. Daher können bei vergleichbaren (Proben)geometrien auf bereits vorhandene Werkstoffgesetze zurückgegriffen werden und die Punkte 1 und 2 unter Umständen entfallen. Dies setzt entsprechende Voruntersuchungen und eine geeignete Datenbasis voraus. Ebenso kann im Bedarfsfall auf die Durchführung der Zugversuche (Punkt 4) verzichtet werden und ausschließlich die Zeitstandversuche zur Ermittlung der ertragbaren plastischen Dehnung herangezogen werden. In der Regel werden hier die kleineren und damit sichereren Werte für die Dehnungen gemessen. Andererseits sind die Zeitstandversuche wesentlich zeitintensiver und damit teurer als die

Zugversuche, die wichtige ergänzende Informationen zur Dynamik des Rissbildungsvorgangs ermöglichen.

Im Rahmen der Aufgabenstellung wurde umfangreich der Einfluss der Legierungselemente Blei, Zinn und Wismuth separat und in verschiedenen Kombinationen zueinander untersucht, seitens der Beanspruchungssituation jedoch wurden mit $v_T=0,05\text{mm/sec}$ und $v_T=1,00\text{mm/sec}$ zwei extrem unterschiedliche Aufweitungsgeschwindigkeiten gewählt. Für eine Diskussion über den Einfluss der Aufweitungsgeschwindigkeit ist insbesondere im Hinblick auf deren Bedeutung bei Verwendung zinnhaltiger Schmelzen eine differenziertere Untersuchung mit feineren Geschwindigkeitsabstufungen erforderlich.

Bei den Zeitstandversuchen wurde die Geschwindigkeit, mit der die vorgegebene Nennspannung angefahren wird, mit $v_T=1,00\text{mm/sec}$ konstant gehalten. Bis zum Erreichen der im plastischen Bereich liegenden Nennspannung liegen hier aufgrund der Dehnrates von $1\%/sec$ dieselben Versuchsbedingungen vor wie beim schnellen Zugversuch. Eine Untersuchung mit verschiedenen Dehnraten bis zum Erreichen der vorgegebenen Nennspannung wurde in der Arbeit nicht durchgeführt, sollte jedoch für weiterführende Überlegungen in Erwägung gezogen werden.

Seitens des Werkstoffs und des Werkstoffzustands sind bei der Werkstoffauswahl weitere Variationsmöglichkeiten (Festigkeiten, chem. Zusammensetzungen etc.) denkbar, darüberhinaus ist der Einfluss des Werkstoffzustands besonders im Hinblick auf Eigenspannungen detaillierter zu untersuchen als in der vorliegenden Arbeit dargestellt ist. Zu dem Aspekt der Eigenspannungen sollte die vorliegende Datenbasis umfangreich erweitert und ergänzt werden.

Bei den vorangegangenen Überlegungen ist zu beachten, dass jede Versuchsreihe mit mehreren Einzelversuchen belegt werden muss. In den hier durchgeführten Versuchen hat sich gezeigt, dass eine Anzahl von jeweils maximal sechs Einzelproben für eine tendenzielle Aussage bzgl. Schmelzeneinfluss etc. ausreicht, für eine fundierte statistische Auswertung ist jedoch die Anzahl an Einzelversuchen zu gering. Für weitere Versuche dieser Art sollte daher die Anzahl der Einzelversuche generell erhöht werden.

Insgesamt konnten mit den vorliegenden Ergebnissen die Bedingungen, unter denen eine LMAC Schädigung eintritt, differenziert herausgearbeitet werden. Der jeweilige Anteil der einzelnen Einflussgrößen an der Gesamtschädigung ist jedoch weiterhin unbekannt und eine Quantifizierung mit der momentan in der Arbeit vorliegenden Datenbasis nicht möglich. Für das tiefere Verständnis der Vorgänge und damit eine Klärung der noch offenen Fragestellungen bzgl. des Schadensmechanismus' sind weitere detaillierte Untersuchungen durchzuführen. Insbesondere die Annahme eines diffusionsgesteuerten Schädigungsmechanismus' und das Zusammenspiel mit einer Zugbeanspruchung sind dabei nicht hinreichend geklärt. Offene Fragen betreffen z.B. auch das Verhalten zinnhaltiger und zinnfreier Zinkschmelzen in Verbindung mit einer hohen Aufweitungsgeschwindigkeit. Die Datenbasis der vorliegenden Arbeit bietet hierfür eine Grundlage, die jedoch mit weitergehenden Untersuchungen ergänzt werden sollte.

8 Zusammenfassung

Ausgehend von Schäden im Stahlbau, die auf eine Feuerverzinkung zurückzuführen sind, wurden insbesondere in den letzten Jahren verstärkte Forschungsaktivitäten auf dem Gebiet der LMAC Rissbildung unternommen. Im Rahmen der hier vorliegenden Arbeit wurde ein Prüfverfahren entwickelt, mit dem es ermöglicht wird, einzelne den Schadensmechanismus betreffende Einflussgrößen separat und in Kombination miteinander zu untersuchen.

Es wurden Flachproben und U-Proben mit Kerben aus unterschiedlichen Werkstoffen hergestellt. Die polierten und spannungsarm geglühten Flachproben aus dem Werkstoff S355 J2 wurden für unterschiedliche Zeiten (15sec, 15min und 24h) lastfrei in eine Reinzinkschmelze (S0) und in einer mit Blei und Zinn hochlegierten Schmelze (S9a) getaucht und am Querschliff auf Anrisse untersucht. Damit sollte untersucht werden, inwieweit der alleinige Kontakt mit Zink ohne eine äußere oder innere Beanspruchung bereits einen LMAC Riss auslösen kann. Die für die kombinierte Untersuchung der Einflussgrößen Werkstoff-Zinkschmelze-Beanspruchung konzipierten U-Proben wurden aus den Werkstoffen S355 J2, 42CrMo4, P460 und S690 Q in einer 10mm Variante oder/und zum Teil in einer 6mm Variante (Blechdicke) hergestellt. Darüberhinaus kamen zwei verschiedene Probenformen mit unterschiedlichen Kerbgeometrien (Form B und D) zum Einsatz. Die Form D wurde zum Zweck der Vergleichbarkeit mit der an der RWTH Aachen verwendeten LNT Probe konzipiert. In einer eigens konzipierten Prüfeinrichtung wurden die U-Proben in mit Blei, Zinn und Wismuth unterschiedlich legierten Zinkschmelzen eingetaucht und mittels einer Belastungsvorrichtung im Zug- oder Zeitstandversuch geprüft. Dabei stehen die Versuchsarten für bestimmte Belastungszustände, denen ein Bauteil während seiner Verzinkung ausgesetzt ist.

Bei den Untersuchungen an den lastfrei geprüften Flachproben zeigten sich für beide verwendete Schmelzen nach einer praxisüblichen Verzinkungszeit von 15min keine Anrisse. Erst nach einer Auslagerung von 24h zeigten sich Anrisse in der Größenordnung von ein bis zwei Kornlagen, die für den verwendeten Werkstoff S355 J2 als unkritisch anzusehen sind. Bei den Untersuchungen mit den in den Zinkschmelzen belasteten U-Proben und dem Vergleich von unter gleichen Bedingungen in einer neutralen Salzsäure geprüften Proben (Zugversuch), konnten bei gleichen Nennspannungen zum Teil erhebliche Unterschiede in der Probenaufweitung festgestellt werden. In metallografischen Untersuchungen wurden bei vorzeitig abgefangenen Versuchen im Kerbgrund der Proben Risse festgestellt, obwohl dem Versuchsverlauf zufolge die Probe noch nicht gebrochen war. Das bedeutet, dass die bei Versagen gemessene Aufweitung um einen durch die Mikrorissbildung verursachten Betrag zu hoch angesetzt ist und daher korrigiert werden muss. Die Mikrorissbildung findet sich sowohl in den Zug- als auch in den Zeitstandversuchen und ist umso größer je geringer der Anteil der Legierungselemente in der Zinkschmelze und je duktiler der Werkstoffzustand ist. Bei Tastversuchen mit Proben aus dem in drei Vergütungsstufen vorliegenden Werkstoff 42CrMo4 zeigten sich unabhängig von den verwendeten Zinkschmelzen und unabhängig von der Vergütungsstufe bereits Anrisse im elastischen Bereich. Hier dominiert der für eine LMAC Rissbildung anfällige Werkstoffzustand und die Wirkung der Zinkschmelzen rückt in den Hintergrund.

Weitergehende Untersuchungen mit vorverformten Proben aus dem Werkstoff S355 J2, bei denen die Schenkel der U-Proben auf Kontakt zusammengedrückt und anschließend entlastet

wurden, belegen die These. Es konnte gezeigt werden, dass bei Verwendung derart präparierter Proben die Nennspannungen im Zeitstandversuch deutlich reduziert werden müssen, die Risse im Vergleich zu den nicht verformten Proben bei kleineren Aufweitungen entstehen und durch die Vorverformung Verformungsvermögen „verbraucht“ wird. Maßgeblich dafür sind die durch eine Vorverformung eingebrachten (inhomogenen) Eigenspannungen.

Bei der Einordnung der Ergebnisse in das Konzept der DAST Richtlinie 022 (hier: Grenzfall Verweilzeit) konnte für nicht-vorverformte Proben des Werkstoffs S355 J2 6mm, unter Verwendung der Reinzinkschmelze, eine gute Übereinstimmung mit der Grenzbedingung erreicht werden. Die Berechnung in der DAST Richtlinie 022 ist für den genannten Fall und den Probenformen B und D als ausreichend anzusehen.

Im Fall vorverformter Proben ergab sich ein geringerer Maximalwert als in der DAST Richtlinie 022 vorgegeben ist. Daher bedarf zumindest der Grenzfall Verweilzeit hinsichtlich der Verwendung kaltverformter Bauteile/Proben einer sorgfältigen Überprüfung.

Unter Berücksichtigung der kritischen Überlagerung der Einflussgrößen Werkstoff-Zinkschmelze-Beanspruchung konnte gezeigt werden, dass für eine LMAC Schädigung immer eine von Werkstoff und verwendeter Zinkschmelze abhängige Beanspruchung vorliegen muss, die auch durch inhomogene Eigenspannungen verursacht werden kann. Je fester der Werkstoff und je mehr Legierungselemente die Zinkschmelze enthält, umso anfälliger ist das Gesamtsystem für eine LMAC Rissbildung.

Seitens der Zinkschmelze zeigte sich für niederfeste Werkstoffe (S355 J2) in Verbindung mit einer hohen Prüfgeschwindigkeit insbesondere das Legierungselement Zinn als schadensbegünstigend. Unter dem Aspekt der Beanspruchungsgeschwindigkeit ergaben sich hier deutliche Unterschiede zwischen den zinnhaltigen und zinnfreien Zinkschmelzen. Im Fall der schnellen Prüfgeschwindigkeit (Zugversuch TS) wurden in den zinnhaltigen Schmelzen deutlich geringere Aufweitungen erzielt als bei den langsamen Prüfgeschwindigkeiten (Zeitstandversuch, Zugversuch TL). Jedoch konnte generell festgestellt werden, dass mit dem Zeitstandversuch die geringsten Aufweitungen erreicht werden. Hinsichtlich des Sicherheitsaspekts und der Definition einer Grenzbedingung für maximale Verzinkungszeiten bzw. maximale absolute Dehnungen sind die Zeitstandversuche daher zu bevorzugen.

Im Zusammenhang mit dem LMAC Schädigungsmechanismus ergeben sich aus metallografischen und mikrofraktografischen Untersuchungen am Schliff bzw. im Rasterelektronenmikroskop (REM) wichtige ergänzende Ergebnisse. Im Verlauf der Untersuchungen hat sich allerdings gezeigt, dass die in der Arbeit gewählte Vorgehensweise für eine ganzheitliche Sichtweise über die dreidimensionale Ausbildung einzelner oder mehrerer Risse ungeeignet ist. Im REM kann nur die Rissfront auf der Hauptbruchfläche untersucht werden, mehrere eventuell vorhandene Anrisse sind nicht detektierbar. Im Vergleich dazu ist im Schliff nur eine Schliffebene sichtbar und die räumliche Ausdehnung einzelner oder mehrerer Risse über- bzw. unterhalb der Betrachtungsebene nicht möglich. Computertomografische Untersuchungen können hierbei helfen die gesamte Rissausdehnung und gegebenenfalls weitere vorhandene Risse zu visualisieren. Somit können bei einer systematischen computertomografischen Auswertung Unterschiede in der Rissstruktur bei Verwendung verschiedener Zinkschmelzen, Werkstoffen und Beanspruchungssituationen herausgearbeitet werden.

9 Literaturverzeichnis

- /ADE2010/ **Adelmann J., Körber D., Landgrebe R., Berger C.:** Ein neues Prüfverfahren zur Untersuchung der Rissbildung beim Feuerverzinken von Stahl, MP Materials Testing 52-9 2010, S. 578-587.
- /AIF11577N/ **Feser R., Friedrich A., Scheide F.:** AiF Forschungsvorhaben Nr. 11577 N /1: Einfluss des Langzeiteinsatzes von Inhibitoren in Salzsäurebeizen auf die wasserstoffinduzierte Spannungsrisskorrosion, Iserlohn Abschlussbericht 2000.
- /AIF14545N/ **Feldmann M., Pinger T., Tschickardt D., Bleck W., Völling A., Langenberg P.:** AiF Forschungsvorhaben Nr. 14545 N /1: Vermeidung von Rissen beim Feuerverzinken von großen Stahlkonstruktionen mit hochfesten Stählen, Aachen Abschlussbericht 2007.
- /AIF15081N/ **Berger C., Landgrebe R., Adelmann J., Körber D.:** AiF Forschungsvorhaben Nr. 15081 N /1: Entwicklung eines praxisgeeigneten Prüfverfahrens zur Untersuchung der Einflußgrößen bei der Rißbildung von Bauteilen aus Stahl in Zinkschmelzen, Darmstadt Abschlussbericht 2007.
- /BAL2009/ **Balloy D., Cristol A. L., Niclaeys, C., Quaegebeur, P.:** Experimentation and Modelling of Thermo-Mechanical Phenomena that Appear During Hot Dip Galvanizing, Intergalva 2009 Madrid.
- /BEG2000/ **Beguin Ph., Bosschaerts M., Dhaussy D., Pankert R., Gilles M.:** GALVECO, eine Lösung für die Feuerverzinkung von reaktivem Stahl. Proceedings Intergalva 2000 Berlin.
- /BEU1998/ **Beul W., Hagmayer B., Menzel K.:** Rissbildung beim Feuerverzinken von Feinkornbaustählen, Abschlussbericht zum Forschungsauftrag GAV-Nr. F1 1. AiF-Nr. 10742N, Stuttgart 1998.
- /BEY1994/ **Beyer St., Dünkel V., Landgrebe R.:** Dehnungsinduzierte Spannungsrißkorrosion in der Flüssigzinkphase bei der Hochtemperaturverzinkung von HV-Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9 mit großen Abmessungen. Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 25 1994 S. 158-166 und S. 459-470.
- /BRE2006/ **Breitschaft G., Ulbrich D.:** Rissbildung in feuerverzinkten Stahlkonstruktionen, DIBt-Mitteilungen, 6/2006, S. 219-221.
- /DASr022/ **DASr-Richtlinie 022:** Konstruktionsgerechtes Verzinken - Verzinkungsgerechtes Konstruieren, Deutscher Ausschuss für Stahlbau Düsseldorf, 2009.
- /DEC2012/ **Dechema 2012:** Veranstaltungshinweis zum Kolloquium „Korrosionsgewollt, ungewollt & verhindert“ am 19. April 2012, Institut für Chemie, Universität Rostock, Veranstalter: DECHEMA Gesellschaft für Chemische Technik und Biotechnologie e.V.

- /DEM1994/ **Demtröder W.:** Experimentalphysik, Band 1 Mechanik und Wärme, Springer 1994.
- /DIN 50976/ **DIN 50976 1989-05:** Korrosionsschutz; Feuerverzinken von Einzelteilen (Stückverzinken); Anforderungen und Prüfung (zurückgenommen).
- /DIN 51008-1/ **DIN 51008-1:** Optische Emissionsspektroskopie (OES) - Teil 1: Begriffe für Systeme mit Funken und Niederdruckentladungen.
- /DIN 50602/ **DIN 50602 1985-09:** Metallographische Prüfverfahren; Mikroskopische Prüfung von Edelstählen auf nichtmetallische Einschlüsse mit Bildreihen (zurückgenommen).
- /DIN EN ISO 643/ **DIN EN ISO 643:** Stahl -Mikrophotographische Bestimmung der erkennbaren Korngröße.
- /DIN EN ISO 6507-1/ **DIN EN ISO 6507-1:2005:** Metallische Werkstoffe; Härteprüfung nach Vickers -Teil 1: Prüfverfahren.
- /DIN EN 10351:2011/ **DIN 10351:2011:** Analyse von unlegierten und niedrig legierten Stählen mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppelten Plasma-Bestimmung von Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, V, Co, Al (gesamt) und Sn [Routineverfahren].
- /DIN EN 10269/ **DIN EN 10269:2011-02:** Stähle und Nickellegierungen für Befestigungselemente für den Einsatz bei erhöhten und/oder tiefen Temperaturen
- /DIN EN 10083-3/ **DIN EN 10083-3:2007-01:** Vergütungsstähle - Teil 3: Technische Lieferbedingungen für legierte Stähle.
- /DIN EN 10025-6/ **DIN EN 10025-2:2011-04:** Warmgewalzte Erzeugnisse aus Baustählen - Teil 6: Technische Lieferbedingungen für Flacherzeugnisse aus Stählen mit höherer Streckgrenze im vergüteten Zustand.
- /DIN EN 10250-1/ **DIN EN 10250-1:1999-12:** Freiformschmiedestücke aus Stahl für allgemeine Verwendung - Teil 1: Allgemeine Anforderungen.
- /DIN EN 10250-2/ **DIN EN 10250-2:1999-12:** Freiformschmiedestücke aus Stahl für allgemeine Verwendung - Teil 2: Unlegierte Qualitäts- und Edelstähle.
- /DIN EN 10028-6/ **DIN EN 10028-6:2009-09:** Flacherzeugnisse aus Druckbehälterstählen - Teil 6: Schweißgeeignete Feinkornbaustähle, vergütet.
- /DIN EN 10049/ **DIN EN 10049:2005:** Messung des arithmetischen Mittenrauwertes Ra und der Spitzenzahl R_{Pc} an metallischen Flacherzeugnissen.
- /DIN EN ISO 1461:1999/ **DIN EN ISO 1461:1999-03:** Durch Feuerverzinken auf Stahl aufgebraachte Zinküberzüge (Stückverzinken) - Anforderungen und Prüfungen.

- /ENG1969/ **Engell H. J., Speidel M. O.:** Ursachen und Mechanismen der Spannungsrisskorrosion, Werkstoffe und Konstruktion 20 1969, S. 281-300.
- /FEL2007/ **Feldmann M., Bleck W., Langenberg P., Pinger T., Tschickardt D., Völling A.:** Ermittlung der Rissanfälligkeit beim Stückverzinken, MP Materials Testing 49-5 2007, S. 223–231.
- /FEL2008/ **Feldmann M., Pinger T., Sedlacek G., Tschickardt D.:** Die neue DAST-Richtlinie zur Vermeidung von Rissbildungen beim Feuerverzinken, Stahlbau 77-10 2008, S. 734-742.
- /FEL2009/ **Feldmann M., Ulbrich D., Breitschaft G.:** Aktuelle Forschungsergebnisse zur Rissbildung in feuerverzinkten Stahlkonstruktionen, DIBt-Mitteilungen, 3/2009, S. 78-84.
- /FES2004/ **Feser R., Reiß C.:** Untersuchungen zur Rissbildung in neuen Zinkschmelzen. Abschlussbericht GAV 2003-2004. FH Südwestfalen, Labor für Korrosionsschutztechnik, Iserlohn.
- /FRA2002/ **Fratesi R., Ruffini N., Malavolta M., Bellezze T.:** Effect of Aluminium, Tin and Bismuth in Hot Dip Galvanizing, University of Ancona, EGGA Assembly 2002 Porto.
- /GAV1993/ **GAV1993:** Gemeinschaftsausschuss Verzinken e.V., Vortrags- und Diskussionsveranstaltung des GAV, Stuttgart 1983.
- /GES2012 **GE Sensing & Inspection Technologies:** Mit freundlicher Unterstützung durch die Fa. Sensing & Inspection Technologies GmbH, Stuttgart.
- /GOR1982/ **Gordon P., Henry H.:** The Mechanism of Crack Initiation and Crack Propagation in metal-induced Embrittlement of Metals. American Society for Metals and the Metallurgical, Society of AIME, 13A, No. 3 1982, p. 457-472.
- /HAS1997/ **Hasselmann U., Speckhardt H.:** Flüssigmetallinduzierte Rißbildung bei der Feuerverzinkung hochfester HV-Schrauben großer Abmessungen infolge thermisch bedingter Zugeigenspannungen. Mat.-wiss. u. Werkstofftechn. 28 1997, S. 588-598.
- /HER1978/ **Herbsleb G., Pöpperling R.:** Dehnungsinduzierte Spannungsrisskorrosion an Stählen, Werkstoffe und Korrosion 29 1978, S. 732-739.
- /IfW2012/ **Institut für Werkstoffkunde, TU Darmstadt:** Vorlesung Schadenskunde, Vorlesung Nr. 13, 2012.
- /IGB2012/ **IGB2012:** Internet-Adresse:
<http://www.igb.fraunhofer.de/de/kompetenzen/grenzflaechentechnik/oberflaechenanalytik/ausstattung/rem-edx.html>.

- /IGF265ZBG/ **AiF Forschungsvorhaben Nr. 265 ZBG:** Technologie- und Sicherheitsgewinn beim Feuerverzinken zum Ausbau der Marktposition des verzinkten Stahlbaus, Aachen Abschlussbericht 2010. FOSTA-Forschungsvereinigung Stahl e.V.
- /INF2012/ **INF2012:** Interne mündliche Mitteilung an das Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde der Technischen Universität Darmstadt durch Herrn Gerhard Scheer, Seppeler Gruppe.
- /INT2006/ **Intergalva 2006, Edited Proceedings:** International Galvanizing Conference Neapel 2006.
- /INT2008/ **Adelmann J., Körber D., Landgrebe R.:** Interne Mitteilung aus dem Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde der Technischen Universität Darmstadt.
- /KAT1997/ **Katzung W., Rittig R.:** Zum Einfluß von Si und P auf das Verzinkungsverhalten von Baustählen, Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 28 1997, S. 575.
- /KAT2001/ **Katzung W., Rittig R., Schubert P., Schulz W.-D.:** Zum Einfluss von Abkühlverlauf und Tauchdauer auf die Haftfestigkeit und das Bruchverhalten von Zinküberzügen nach DIN EN ISO 1461, Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 32 2001, S. 483-492.
- /KAT2005/ **Katzung W., Schulz W.-D.:** Zum Feuerverzinken von Stahlkonstruktionen -Ursachen und Lösungsvorschläge zum Problem der Rißbildung, Stahlbau, 74 2005, S. 258-273.
- /KAU1995/ **Kaur I., Mishin Y., Gust W.:** Fundamentals of grain and interphase boundary diffusion, Wiley 1995.
- /KIK1980/ **Kikuchi M.:** Liquid metal embrittlement of steels by molten zinc, Proceedings of the 23rd Japan Congress on Material Research, 1980.
- /KIK1981/ **Kikuchi M., Jezawa T.:** Liquid Metal Embrittlement of Steels in Molten Zinc, Journal of the Society of Naval Architects, Japan, Vol. 149, No. 6, 1981, p. 298-305.
- /KLE1981/ **Klemens D., H.-R. Priebe.:** Schlussbericht zum Forschungs- und Entwicklungsprojekt Korrosion und Korrosionsschutz-Projekt Nr. 10.1/3 "Untersuchung über den Einfluss des Zinks und seiner Legierungselemente auf die Rißbildung von Stählen in Zinkschmelzen", Clausthal 1981.
- /KLE1992/ **Klemens D., Kaszàs S.:** Untersuchung der Spannungsrissskorrosion von Baustählen in flüssigem Zink. Werkstoffe und Korrosion 43 1992, S. 561-564.

- /KLO1992/ **Kloos K. H., Beyer St.:** Wasserstoffversprödungsanfälligkeit hochfester Werkstoffzustände, Teil 2 Untersuchungen zur Wasserstoffversprödungsanfälligkeit einsatzgehärteter und einsatzvergüteter Blebschrauben, Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 23, 1992 S. 316-328.
- /LAN1993/ **Landgrebe R.:** Wasserstoffinduzierte Sprödbuchbildung bei hochfesten Schrauben aus Vergütungsstählen, Dissertation, Darmstadt 1993.
- /LIN1996/ **Ling, Y.:** Uniaxial true stress-Strain after necking, AMP Journal of Technology Vol 5, (1996), 37-48.
- /MAS2008/ **Maas P., Peißker P.:** Handbuch Feuerverzinken 3. Auflage, Wiley-VCH 2008.
- /NIE1965/ **Nieth F.:** Festigkeitsfragen im Zusammenhang mit der Feuerverzinkung, Dissertation, Darmstadt, 1965.
- /OET1988/ **van Oeteren K. A.:** Oberflächentechnik Band 265, Kontakt und Studium, Feuerverzinkung, 1989 S. 114.
- /ORT2011/ **Orta F.-G.:** Untersuchungen zum Material- und Tragverhalten von Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9 während und nach einem Brand, Institut für Stahlbau und Werkstoffmechanik der Technischen Universität Heft 91, Darmstadt 2011.
- /PAR1967/ **Pargeter F. W. J., Ives M. B.:** Grain Size Dependence of Fracture in Copper-Aluminium Alloys Embrittled by Mercury, Canadian Journal of Physics 45, 1967 p. 1235-1249.
- /PIN2009/ **Pinger T.:** Zur Vermeidung der Rissbildung an Stahlkonstruktionen beim feuerverzinken unter besonderer Berücksichtigung der flüssigmetallinduzierten Spannungsrissskorrosion, Dissertation Aachen 2009.
- /POH2007/ **Pohl M., Luithle A.:** Flüssigmetallinduzierte Spannungsrissskorrosion -Schadensmechanismen und ihre Auswirkungen Tagungsband 25. Tagung Werkstoffprüfung Neu-Ulm 2007, S. 25-34.
- /RÄD1953/ **Rädeker W.:** Die Erzeugung von Spannungsrisen in Stahl durch flüssiges Zink, Stahl und Eisen 73-10 1953, S. 654-658.
- /RÄD1973/ **Rädeker W.:** Der interkristalline Angriff von Metallschmezen auf Stahl, Werkstoffe und Korrosion 24-10 1973, S. 851-859.
- /RIE1986/ **Riecke E., Johnen B.:** Wasserstoffinduzierte Spannungsrissskorrosion an unverzinkten und verzinkten Baustählen; Werkstoffe und Korrosion 37 1986, S. 310-317.
- /SCH1978/ **Schwenk W.:** Die praktische Bedeutung niedrig-frequenter Lastwechsel bei dehnungsinduzierter Spannungsrissskorrosion, Werkstoffe und Korrosion 29 1978, S. 740-746.

- /SCH2002/ **Schubert P., Schulz W.-D.:** Zur Wirkung von Zusätzen zur Zinkschmelze auf die Schichtbildung beim Feuerverzinken, Materials and Corrosion 53 2002 S. 663-672.
- /SCH2005/ **Schröder-Rentrop I.:** Entwicklung eines praxisgeeigneten Prüfverfahrens zur Bewertung des Wasserstoffgefährdungspotentials von Salzsäurebeizen und Vergleich der Wirksamkeit von Inhibitoren, Dissertation, Darmstadt 2005.
- /SCH2008/ **Schuster J.:** Risse in feuerverzinkten Konstruktionen - Neue Überlegungen zum Bildungsmechanismus. Die Verbindungsspezialisten, DVS 258 2009, S. 368-375.
- /SED2004/ **Sedlacek G. et al.:** Zur sicheren Anwendung feuerverzinkter Stahlträger. Stahlbau 73-6 2004, S. 427-437.
- /SSC2012/ **SSC2012:** Internet-Adresse: http://www.schule-studium.de/Chemie/Reaktionsgleichung_Rosten_Eisen.html.
- /STA2009/ **Stahleisen Communications:** Handbuch für das Eisenhüttenlaboratorium Band 1, Grundlagen und Methoden 2009 S. 162 - 194.
- /STO1978/ **Stolz R. E., Stulen R. H.:** Solid Metal Embrittlement of Ti-6Al-6V-2Sn by Cadmium, Silver and Gold, Material Science Division 8316, Physical Research Division 8347, Livermore 1978.
- /STR2007/ **Stresstech GmbH, Höhn:** X-Ray Diffraction, The method for residual stress testing
- /THI2006/ **Thiele M., Schulz W.-D., Schubert P.:** Schichtbildung beim Feuerverzinken zwischen 435°C und 620°C in konventionellen Zinkschmelzen – Eine ganzheitliche Darstellung, Materials and Corrosion 57 2006 S. 852-867.
- /THI2008/ **Thiele M., Schütz A., Schulz W.-D.:** AiF Forschungsvorhaben Nr. 14835 B/2008: Struktur und Eigenschaften von Zinküberzügen nach DIN EN ISO 1461 aus legierten Zinkschmelzen in Abhängigkeit vom Si-Gehalt des Stahlwerkstoffs, den Verzinkungsbedingungen und den Abkühlbedingungen; Abschlussbericht Dresden 2008.
- /VOU2004/ **Vourlias G., Pistofidis N., Stergioudis, G., Tsipas, D.:** The effect of alloying elements on the crystallization behaviour and on the properties of galvanized coatings, Cryst. Res. Technol. 39 No. 1 2004, p. 23-29.
- /WES1966/ **Westwood A. R. C., Kamadar M. H.:** In Environment sensitive mechanical behaviour, TMS-AIME Conference 35, Gordon and Breach 1966.
- /WIN2005/ **Winkler M.:** Risse in geschweißten, feuerverzinkten Kastenprofilen, OTTI – Profiforum 06./07. Juni 2005, Regensburg (www.otti.de).

- /WIS2009/ **Wissenspool auf der Homepage des Gemeinschaftsausschusses Verzinken e. V.:**
Internet-Adresse: <http://www.gav-verzinken.de/index.php?id=14>.
- /ZGR2006/ **Zraggen M., Winkler R., Winkler M., Germ H., Trüllinger S., Faller M., von Trzebiatowski O.:** Schäden im Zusammenhang mit dem Schmelztauchverzinken, Prakt. Metallogr. 43-4 2006, S. 184-191.

10 Anhang



Bild 10-1: Werkstoff S355 J2, 6mm: Übersichtsaufnahme des Gefüges

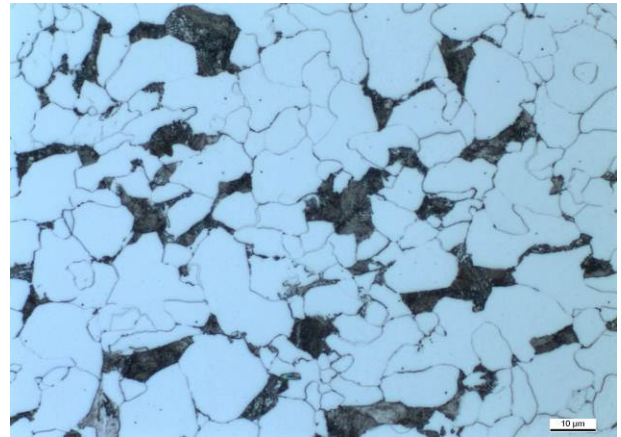


Bild 10-2: Werkstoff S355 J2, 6mm: Detailaufnahme des Gefüges

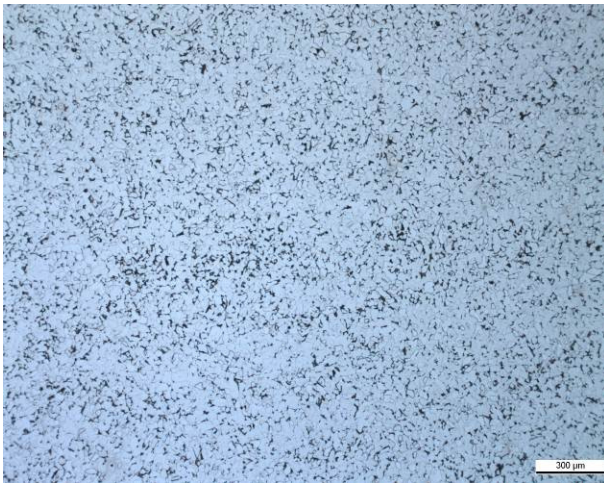


Bild 10-3: Werkstoff S355 J2, 10mm: Übersichtsaufnahme des Gefüges

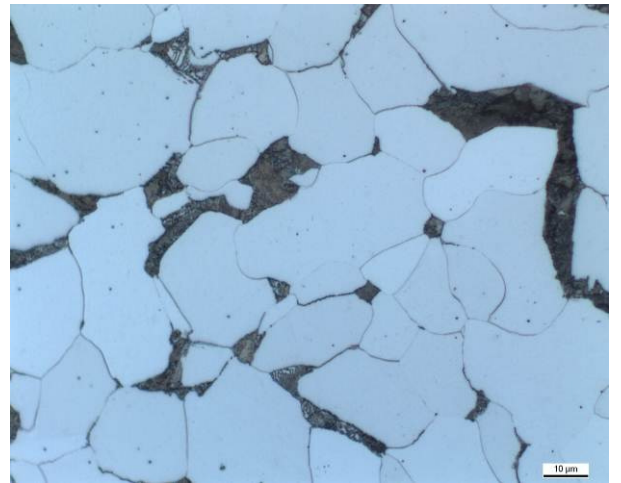


Bild 10-4: Werkstoff S355 J2, 10mm: Detailaufnahme des Gefüges



Bild 10-5: Werkstoff 42CrMo4, normalisiert: Übersichtsaufnahme des Gefüges

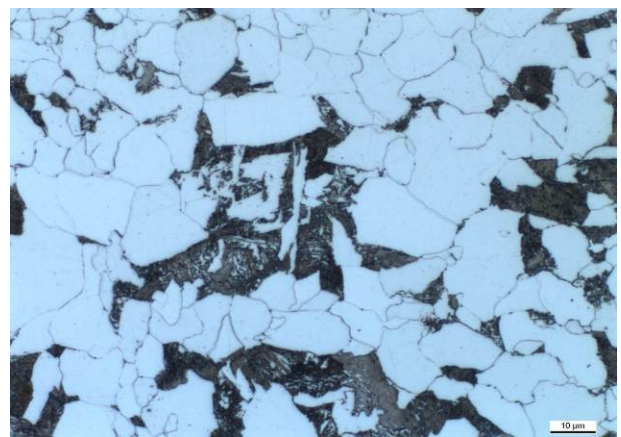


Bild 10-6: Werkstoff 42CrMo4, normalisiert: Detailaufnahme des Gefüges

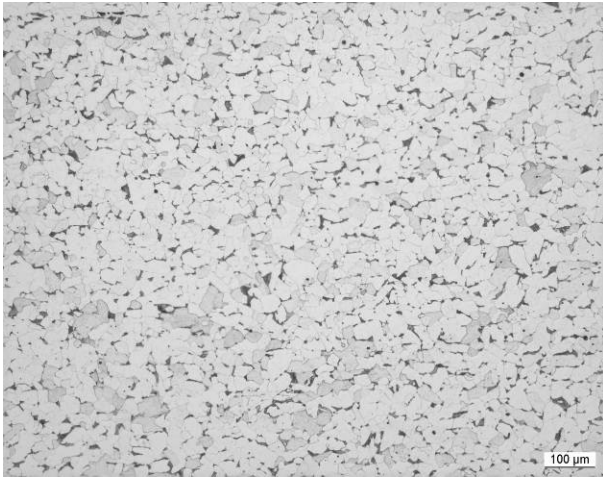


Bild 10-7: Werkstoff P460: Übersichtsaufnahme des Gefüges

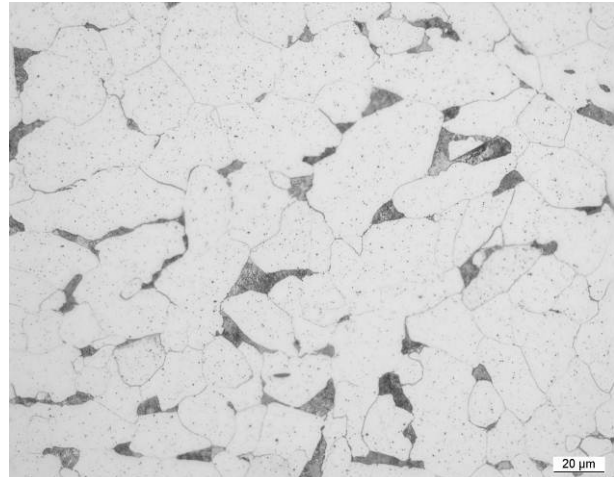


Bild 10-8: Werkstoff P460: Detailaufnahme des Gefüges

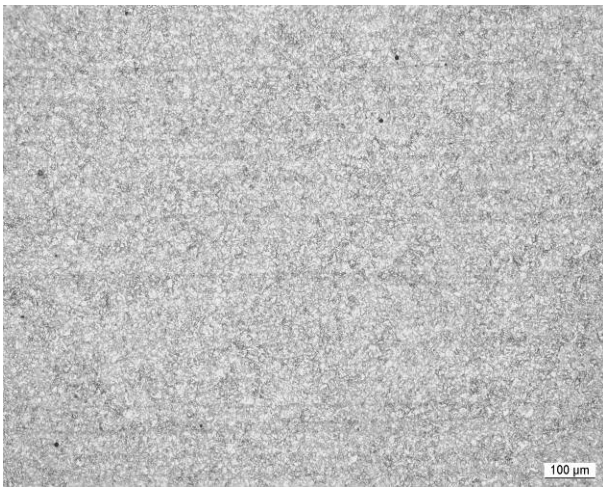


Bild 10-9: Werkstoff S690 Q: Übersichtsaufnahme des Gefüges

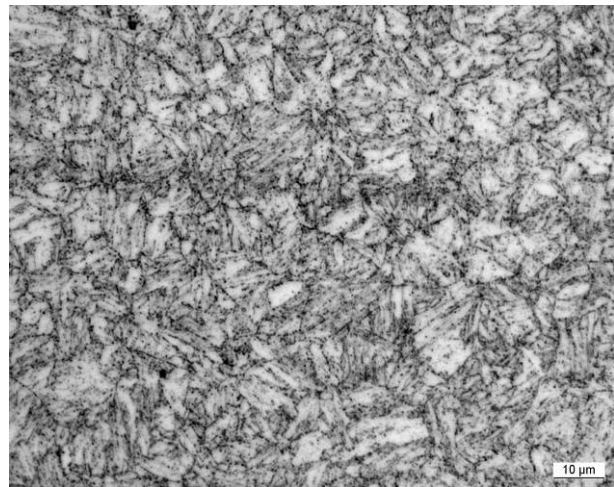


Bild 10-10: Werkstoff S690 Q: Detailaufnahme des Gefüges

Tabelle 10-1: Werkstoffzusammensetzungen der Versuchswerkstoffe

Kurz- zeichen	Blechdicke	C	Si	Mn	P	S
S355 J2	6mm	0,092	0,198	1,32	0,020	<0,010
<i>Sollwert</i>	---	$\leq 0,20$	$\leq 0,55$	$\leq 1,60$	$\leq 0,025$	$\leq 0,025$
42CrMo4	6mm	0,38	0,240	0,625	0,015	0,002
<i>Sollwert</i>	---	$0,38-0,45$	$\leq 0,4$	$0,60-0,90$	$\leq 0,025$	$\leq 0,025$
S355 J2	10mm	0,17	0,21	1,45	0,012	0,002
<i>Sollwert</i>	---	$\leq 0,20$	$\leq 0,55$	$\leq 1,60$	$\leq 0,025$	$\leq 0,025$
P460	10mm	0,16	0,32	1,54	0,014	0,004
<i>Sollwert</i>	---	$\leq 0,20$	$\leq 0,55$	$\leq 1,60$	$\leq 0,025$	$\leq 0,025$
S690 Q	10mm	0,17	0,19	0,92	0,013	0,001
<i>Sollwert</i>	---	$\leq 0,20$	$\leq 0,80$	$\leq 1,70$	$\leq 0,025$	$\leq 0,015$

Tabelle 10-1: Werkstoffzusammensetzungen der Versuchswerkstoffe (Fortsetzung)

Kurz- zeichen	Cu	Cr	Ni	Mo	Al	Nb	Ti
S355 J2 6mm	0,055	0,047	0,038	<0,010	0,036	0,013	<0,010
<i>Sollwert</i>	$\leq 0,55$	---	---	---	---	---	---
42CrMo4	0,265	1,02	0,159	0,217	0,017	<0,010	<0,010
<i>Sollwert</i>	---	$0,90-1,20$	---	$0,15-0,30$	---	---	---
S355 J2 10mm	0,03	0,029	0,002	0,002	0,026	0,031	0,002
<i>Sollwert</i>	$\leq 0,55$	---	---	---	$\geq 0,020$	---	---
P460	0,03	0,05	0,65	0,007	0,028	0,002	0,003
<i>Sollwert</i>	$\leq 0,55$	---	---	---	$\geq 0,020$	---	---
S690 Q	0,05	0,30	0,04	0,20	0,105	0,03	0,005
<i>Sollwert</i>	$\leq 0,50$	$\leq 1,50$	$\leq 2,00$	$\leq 0,70$	$\geq 0,015$	$\leq 0,06$	$\leq 0,050$

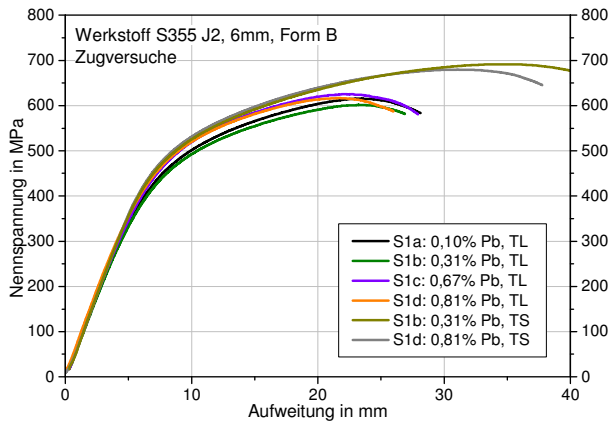


Bild 10-11: Zugversuche zum Einfluss von Blei
Werkstoff S355 J2 6mm, Form B

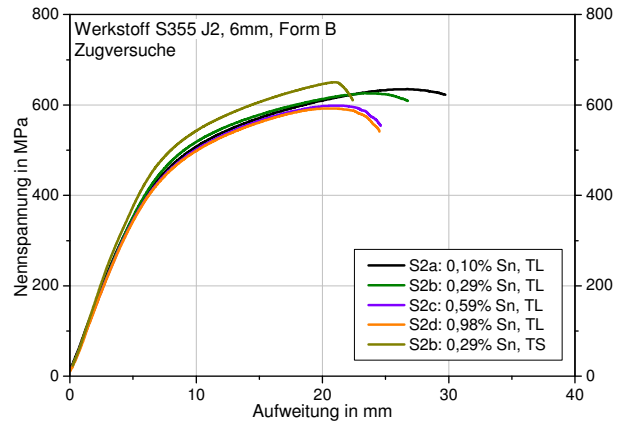


Bild 10-12: Zugversuche zum Einfluss von Zinn,
Werkstoff S355 J2 6mm, Form B

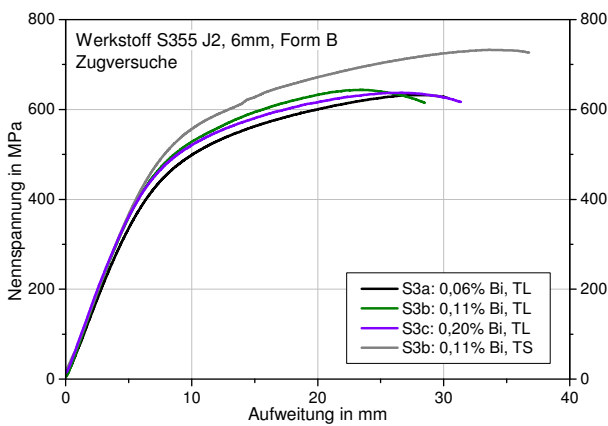


Bild 10-13: Zugversuche zum Einfluss von Wismuth,
Werkstoff S355 J2 6mm, Form B

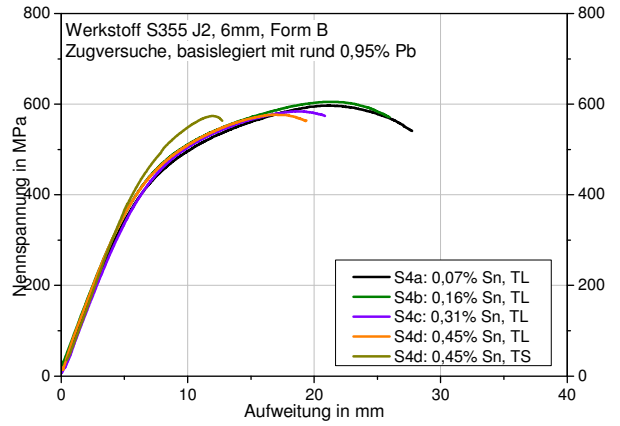


Bild 10-14: Zugversuche der Serie 4,
Werkstoff S355 J2 6mm, Form B

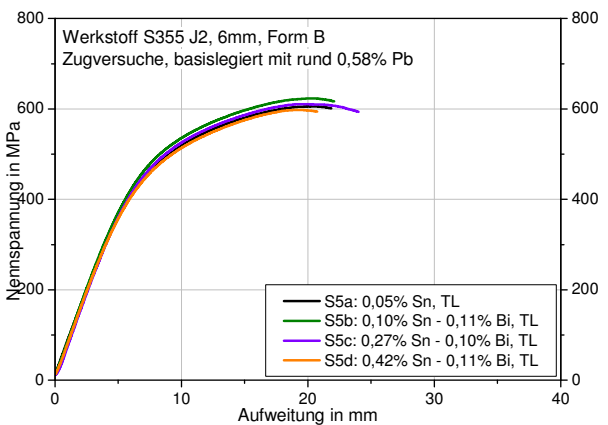


Bild 10-15: Zugversuche TL der Serie 5,
Werkstoff S355 J2 6mm, Form B

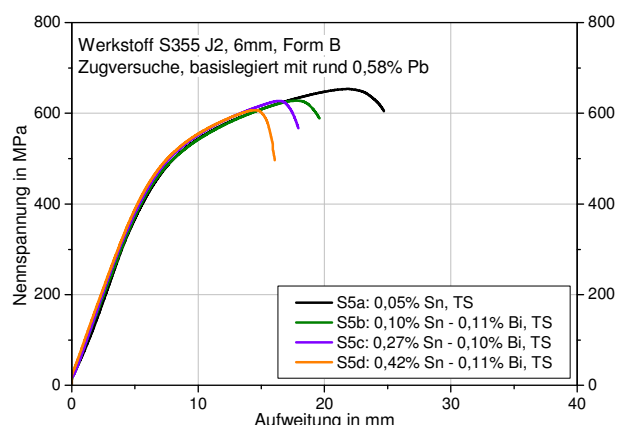


Bild 10-16: Zugversuche TS der Serie 5,
Werkstoff S355 J2 6mm, Form B

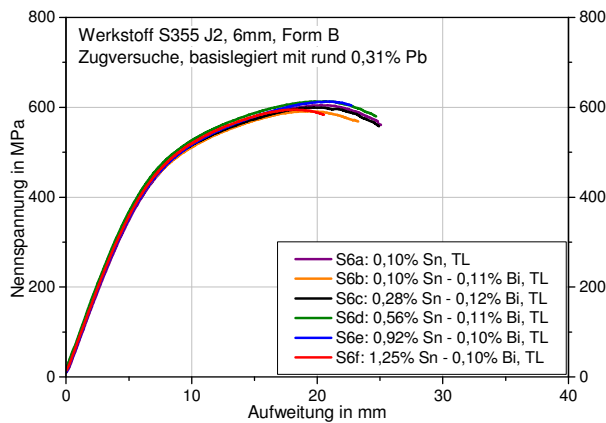


Bild 10-17: Zugversuche TL der Serie 6, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B

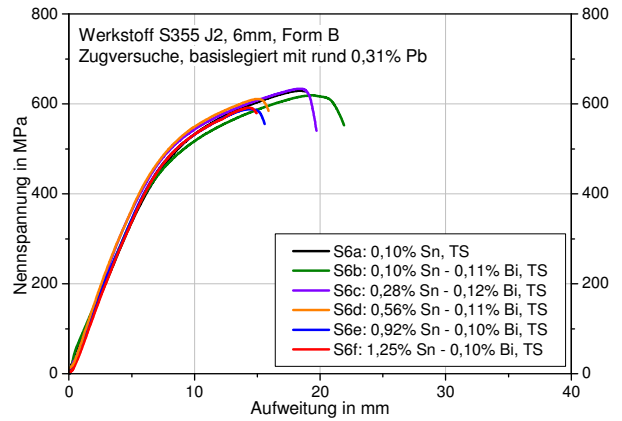


Bild 10-18: Zugversuche TS der Serie 6, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B

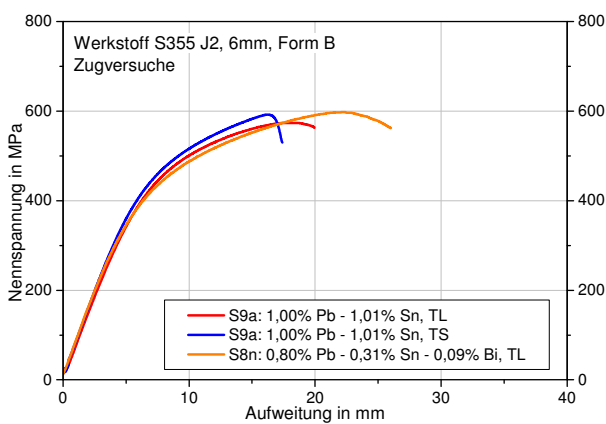


Bild 10-19: Zugversuche der Schmelzen S8n und S9a, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B

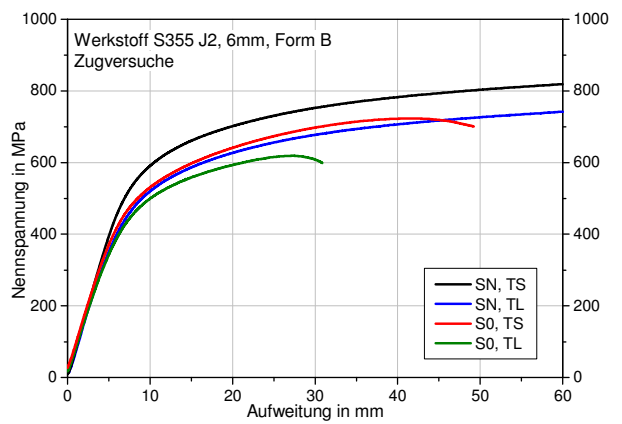


Bild 10-20: Zugversuche der Schmelzen SN und S0, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B

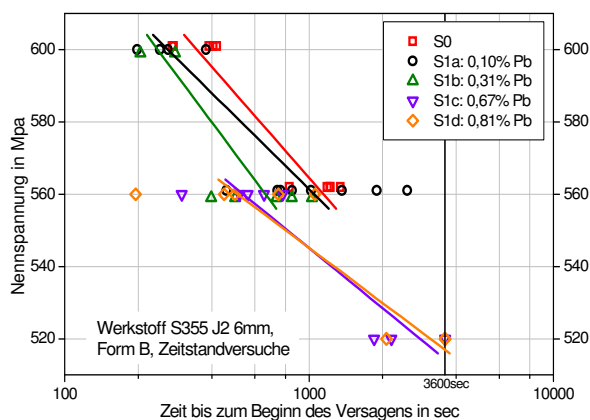


Bild 10-21: Zeitstandversuche zum Einfluss von Blei, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B
Auswertung der Nennspannung

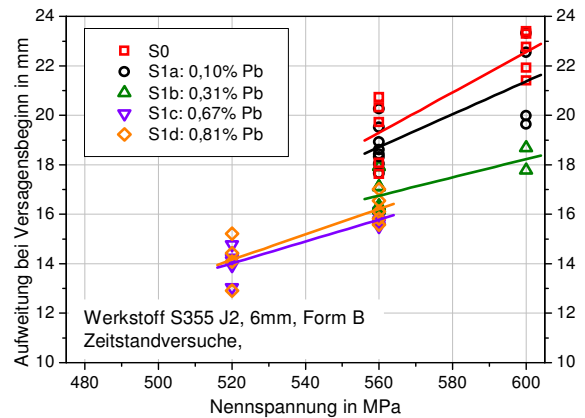


Bild 10-22: Zeitstandversuche zum Einfluss von Blei, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B
Auswertung der Aufweitung

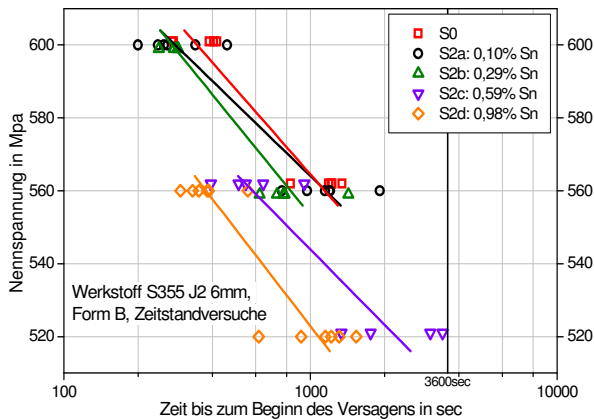


Bild 10-23: Zeitstandversuche zum Einfluss von Zinn, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B Auswertung der Nennspannung

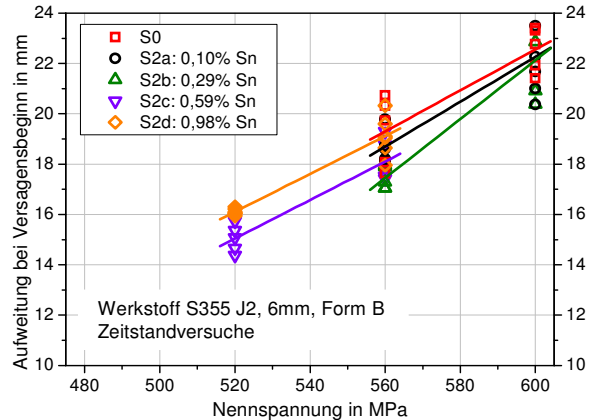


Bild 10-24: Zeitstandversuche zum Einfluss von Zinn, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B Auswertung der Aufweitung

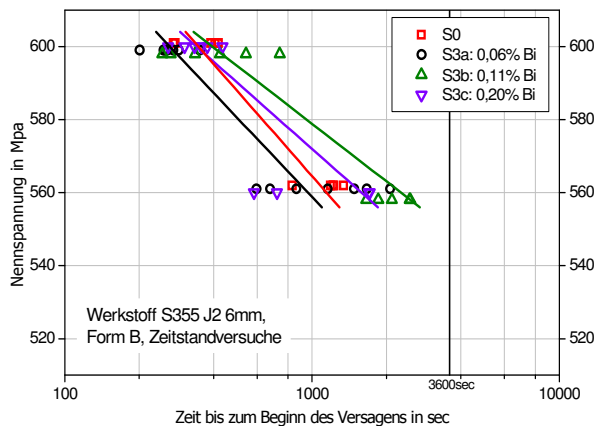


Bild 10-25: Zeitstandversuche zum Einfluss von Wismuth, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B Auswertung der Nennspannung

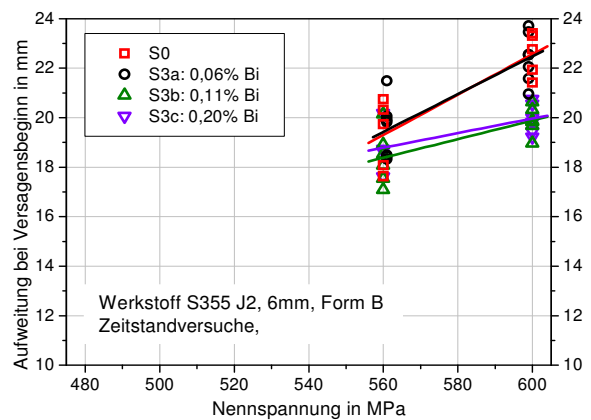


Bild 10-26: Zeitstandversuche zum Einfluss von Wismuth, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B Auswertung der Aufweitung

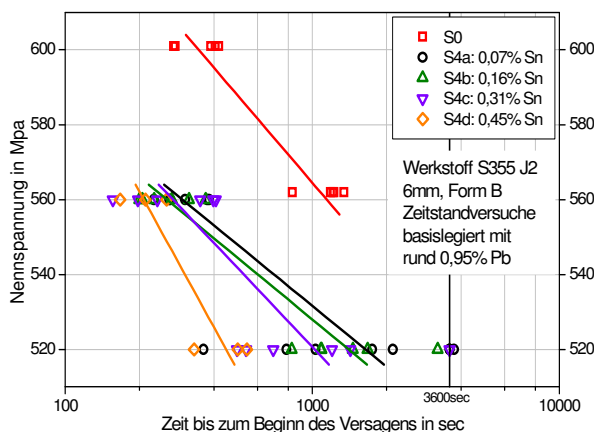


Bild 10-27: Zeitstandversuche der Serie 4, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B Auswertung der Nennspannung

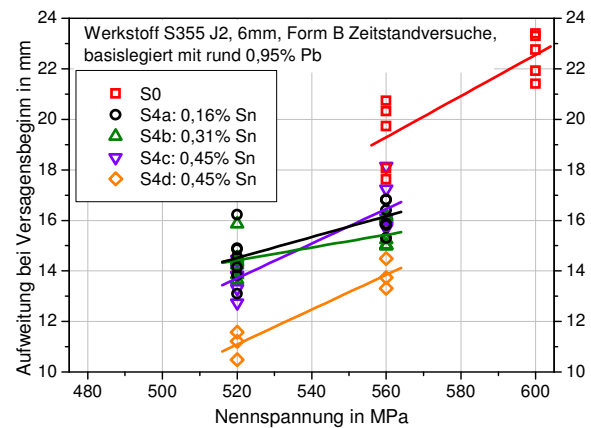


Bild 10-28: Zeitstandversuche der Serie 4, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B Auswertung der Aufweitung

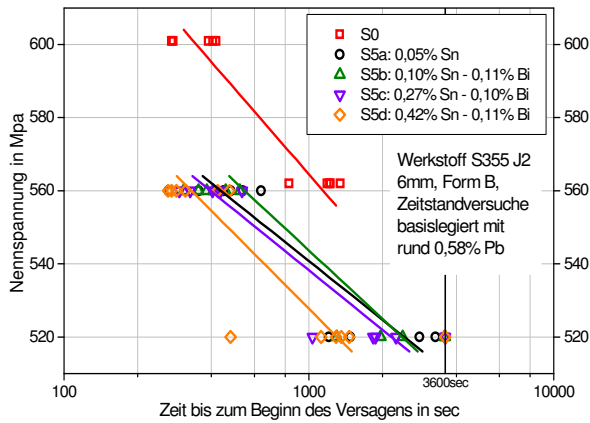


Bild 10-29: Zeitstandversuche der Serie 5, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B
Auswertung der Nennspannung

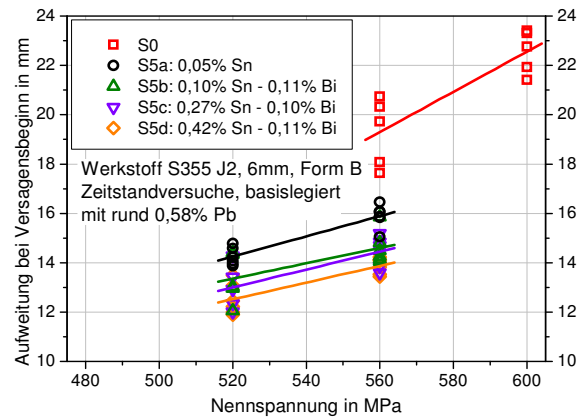


Bild 10-30: Zeitstandversuche der Serie 5, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B
Auswertung der Aufweitung

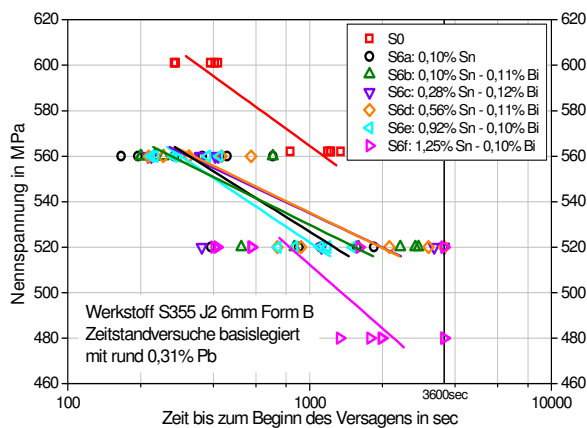


Bild 10-31: Zeitstandversuche der Serie 6, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B
Auswertung der Nennspannung

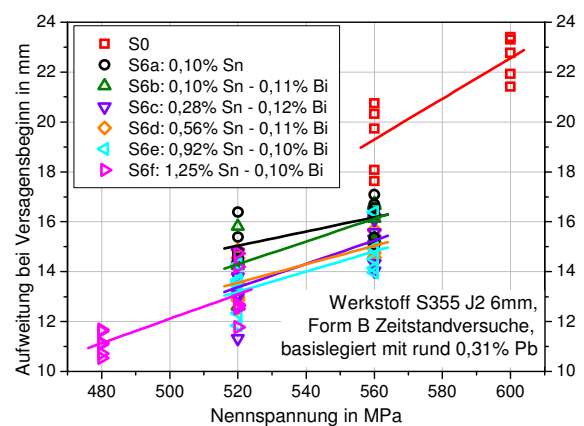


Bild 10-32: Zeitstandversuche der Serie 6, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B
Auswertung der Aufweitung

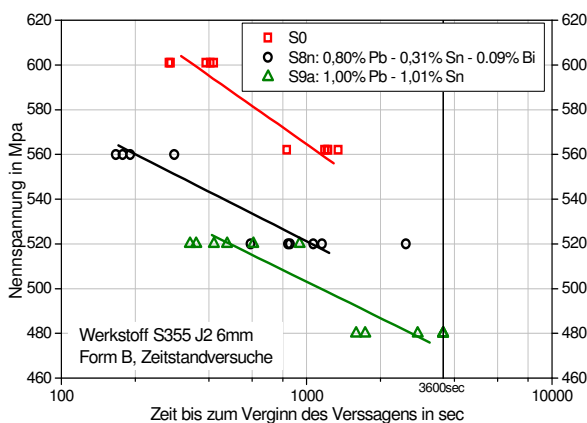


Bild 10-33: Zeitstandversuche der Schmelzen S8n und S9a, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B
Auswertung der Nennspannung

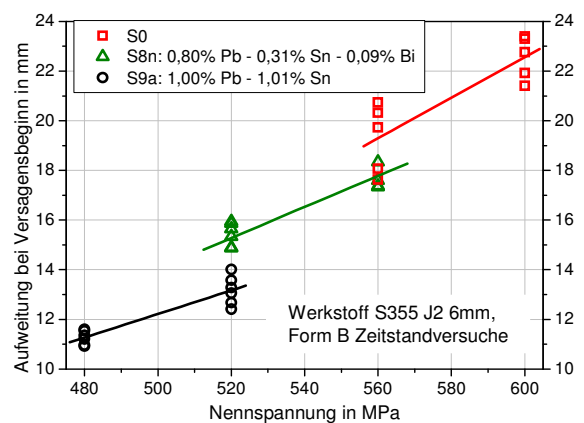


Bild 10-34: Zeitstandversuche der Schmelzen S8n und S9a, Werkstoff S355 J2 6mm, Form B
Auswertung der Aufweitung